

**Verschleißuntersuchungen zu Stegoberkanten  
dünnfilmbeschichteter Einschnellenextruder bei der Verarbeitung  
ungefüllter Polymere**

Dissertation  
zur Erlangung des Doktorgrades  
der Ingenieurwissenschaften

vorgelegt von  
Torben Alexander Buttler, M.Sc.  
aus Gelsenkirchen

genehmigt von der Fakultät für Mathematik/Informatik und Maschinenbau  
der Technischen Universität Clausthal

Tag der mündlichen Prüfung  
09.06.2021

---



Dekan

Prof. Dr. rer. nat. Jörg P. Müller

Vorsitzender der Promotionskommission

Prof. Dr.-Ing. Alfons Esderts

Betreuer und Gutachter

Prof. Dr. -Ing. Volker Wesling

Gutachter

apl. Prof. Dr. rer. nat. habil. Wolfgang Maus-Friedrichs

---

## **Vorwort**

Die vorliegende Arbeit entstand während meiner Tätigkeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter am Institut für Schweißtechnik und Trennende Fertigungsverfahren (ISAF) und dem Clausthaler Zentrum für Materialtechnik (CZM) der TU Clausthal im Zeitraum von 2019-2021.

Ich bedanke mich bei Herrn Prof. Dr.-Ing. Volker Wesling, Institutsdirektor des ISAF sowie Vorstandsmitglied des CZM, für die Möglichkeit der Anfertigung dieser Arbeit und die wohlwollende Unterstützung, die wesentlich zum Gelingen beigetragen hat. Trotz seines umfangreichen Engagements an der TU Clausthal hat er mit großem Interesse das Entstehen dieser Arbeit gefördert. Außerdem danke ich Herrn apl. Prof. Dr. rer. nat. habil. Wolfgang Maus-Friedrichs, Vorstandsmitglied und Vorstandssprecher des CZM, für die Übernahme des Koreferats.

Meinem Arbeitsgruppenleiter Herrn Dr.-Ing. Rolf Reiter, akademischer Oberrat und Obergeringenieur des ISAF, danke ich für die besondere Unterstützung und das große Interesse an meiner Arbeit.

Allen Mitarbeitern aus den mechanischen und elektrischen Werkstätten sowie der Materialprüfung des ISAF danke ich für die tatkräftige Unterstützung, der es bedurfte, die praktischen Vorbereitungen und Untersuchungen zu dieser Arbeit durchzuführen.

Ein besonderer Dank geht an Herrn Dipl.-Ing. Robin Sedlag, der durch die Bereitstellung der Beschichtungen diese Untersuchung ermöglichte.

Der abschließende Dank gilt meinen Eltern, die mich in jeder Phase unterstützt haben und so den Grundstein für das Schaffen dieser Arbeit legten.

---

---

---



## Inhaltsverzeichnis

Abkürzungsverzeichnis .....	iii
1. Einleitung .....	1
2. Aufgabenstellung und Ziel der Arbeit .....	3
3. Stand der Technik .....	5
3.1 Stippenbildung in der Polycarbonat-Extrusion .....	5
3.2 Schneckenmaschinen .....	7
3.3 Verschleißmechanismen .....	9
3.3.1 Abrasionsverschleiß .....	9
3.3.2 Adhäsionsverschleiß .....	10
3.3.3 Weitere Verschleißmechanismen und Verschleißarten .....	11
3.4 Makro- und Mikrogeometrie technischer Oberflächen .....	13
3.5 Tribologisches System der Polymerextrusionsmaschinen .....	16
3.6 Dünnschichten mittels physikalischer Gasphasenabscheidung (PVD) .....	19
3.6.1 Grundlegender Verfahrensablauf des PVD-Beschichtungsprozesses .....	19
3.6.2 Verfahrensvarianten .....	20
3.6.2.1 Lichtbogenverdampfen (arc-PVD) .....	20
3.6.2.2 Sputtern (sputter deposition) .....	22
3.6.3 Schichtwachstums von PVD Beschichtungen .....	24
3.6.4 Wichtige Haftungsmechanismen und Bindungstypen für PVD-Beschichtungen .....	28
3.6.5 Vorbehandlung des Substrates .....	30
3.6.6 Mehrlagenaufbau und Schichtsysteme .....	31
3.6.6.1 Schichtsysteme auf Chrombasis .....	32
3.6.6.2 Schichtsysteme auf Titanbasis .....	36
4. Prüf- und Messtechnik .....	38
4.1 Resonanzfrequenzprüfmaschine .....	38
4.2 Stift-Scheibe Prüfstand .....	38
4.3 Stift-Rolle Prüfstand .....	39
4.4 Konfokales Laser-Scanning Mikroskop (CLSM) .....	41
5. Probenherstellung und Referenzmessungen .....	43
5.1 Substratcharakterisierung und Auslagerungsversuche .....	43
5.2 Chrom-Chromnitrid (CrN) .....	47
5.3 Chrom-Chromnitrid-Chromoxid (CrN/CrO) .....	50
5.4 Titan-Titanaluminiumnitrid (TiAlN) .....	51
6. Grundlagenuntersuchungen Substrat- und Schichthaftung .....	52

6.1	Oberflächenuntersuchung von Industrieschnecken.....	52
6.2	Schwingfestigkeitsuntersuchungen unter Biegebelastung .....	53
6.2.1	Kerbwirkungseinfluss der Beschichtung .....	57
6.3	Einfluss der Beschichtung auf die Oberflächenrauigkeit.....	59
6.4	Einfluss der Substratoberflächenrauigkeit auf das Verschleißverhalten am Beispiel der Chrom-Chromnitrid Beschichtung.....	61
6.6	Einfluss Wärmebehandlung auf Schichthaftung bei monoelementarer Beschichtung .....	71
6.7	Kombinierte Untersuchung der Effekte .....	74
7.	Extrapolation der Adhäsionsprüfungen .....	77
7.1	Einfluss der Umfangsgeschwindigkeit bei der Stift-Scheibe Prüfung .....	77
7.1.1	Chromnitrid (CrN) .....	77
7.1.2	Chromoxid/Chromnitrid (CrN/CrO).....	81
7.1.3	Titanaluminiumnitrid (TiAlN) .....	85
7.2	Einfluss der Geschwindigkeit auf die Stift-Rolle Prüfung .....	88
7.2.1	Chromnitrid (CrN) .....	88
7.2.2	Titanaluminiumnitrid (TiAlN) .....	92
8.	Diskussion der Versuchsergebnisse .....	97
8.1	Diskussion der Grundlagenuntersuchungen.....	97
8.2	Diskussion der Extrapolationsprüfung des tribologischen Systems .....	100
9.	Zusammenfassung .....	103
10.	Ausblick .....	105
	Literaturverzeichnis .....	i
	Abbildungsverzeichnis .....	ix

## Abkürzungsverzeichnis

Co	Kobalt
CLSM	Konfokales Laser Scanning Mikroskop
Cr	Chrom
CrO	Chromoxid
CrN	Chromnitrid
EDX	Energiedispersive Röntgenstrahlung
FIB	Focused Ion Beam
GPW	Gustus, Poggemann, Wegewitz, CZM
kfz	kubisch-flächenzentriertes Gitter
krz	kubisch-raumzentriertes Gitter
Ni	Nickel
PC	Polycarbonat
PVD	Physical Vapor Deposition
R <sub>a</sub>	Mittenrauwert
REM	Rasterelektronenmikroskop
R <sub>z</sub>	Gemittelte Rautiefe
Ti	Titan
TiN	Titannitrid
TiAlN	Titanaluminiumnitrid
xxxer	Körnung des Schleifpapiers

---

## 1. Einleitung

Die weltweite Kunststoffproduktion meldet seit Jahren immer neue Rekordproduktionszahlen von bis zu 359 Millionen Tonnen im Jahr 2018. Während die europaweite Nachfrage in den letzten zehn Jahren bei 60 Millionen Tonnen stagnierte, steigt die weltweite Nachfrage immer weiter an, [1]. Infolge des ebenfalls wachsenden Rohstoffbedarfes und der steigenden Abfallmengen werden Kunststoffe immer kritischer von Politik und Öffentlichkeit betrachtet. Eine umfassende Optimierung aller Parameter des Kunststoffkreislaufes, von der Rohstoffgewinnung über die Verarbeitung bis hin zur Entsorgung durch z.B. Recycling ist unumgänglich. Ein Zahnrad in dem Optimierungsprozess ist die verschleißoptimierte Verarbeitung, um ökologische und ökonomische Ziele zu erfüllen.

Kunststoffe lassen sich in drei Gruppen, die Elastomere, Duroplaste und Thermoplaste einteilen. Elastomere und Duroplaste werden je nach Vernetzungsgrad unterschieden. So sind die schwach vernetzten Elastomere (z.B. Gummi) hochdehnfähig und die stark vernetzten Duroplaste (z.B. Harz) hochsteif. Thermoplaste zeichnen sich durch ihre amorphen oder teilkristallinen Strukturen aus, wodurch die Thermoplaste, anders als Elastomere und Duroplaste beliebig oft schmelzbar sind. Teilkristalline Thermoplaste zeigen eine opake oder milchige Farbe, während amorphe Thermoplaste transparent bzw. glasklar sind, [2]. Vorteile transparenter Thermoplaste, auch organische Gläser genannt, sind die flexiblere Designbarkeit, das reduzierte Gewicht und die hohe Bruchzähigkeit, [3]. Die Synthese erfolgt mittels Polymerisation, wonach die Thermoplaste in granuliertem Zustand vorliegen.

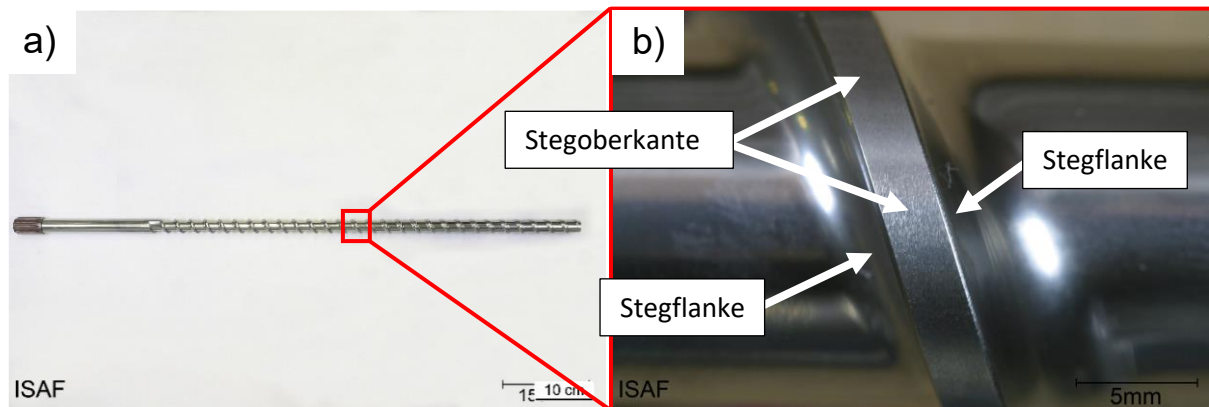
Die Formgebung (Urformen) findet entweder durch diskontinuierliches Spritzgießen oder kontinuierliche Extrusion statt. Das Granulat wird bei beiden Prozessen aufgeschmolzen und in Form gepresst. Die Extrusion zeichnet sich durch die sichere Förderung von Materialien stark unterschiedlicher Viskosität, die Möglichkeit zur flexiblen Eindosierung, eine schnelle Homogenisierung der Schmelze und die effiziente Entgasung von flüchtigen Reaktionsprodukten aus. Der Prozess der Polymerextrusion lässt sich in drei Schritte unterteilen. Zum einen Fördern und Verdichten des granulierten Kunststoffes. Dies wird gefolgt vom Aufschmelzen, Mischen und Homogenisieren und anschließend vom Formen im Extrusionswerkzeug. Die Wärme für den Aufschmelzprozess wird zum einen extern zugeführt, zum anderen durch die Reibung und Verformung des Granulates induziert. Das Granulat kann ohne Füllstoffe (ungefüllt) in den Extruder gegeben werden oder mit verschiedenen Füllstoffen versehen werden, um die mechanischen Eigenschaften des Kunststoffes optimal an den vorgesehenen Verwendungszweck anzupassen. Bei der Verarbeitung ungefüllter amorpher Thermoplaste, kann es zu Verunreinigungen des Endproduktes kommen. Es entstehen Stippen und Beläge auf der Schnecke. Diese scheren während der Produktion ab und wandern als Verunreinigung in das Produkt, was zu einem Ausschuss von bis zu 50% führt. Die zur Verringerung der Verunreinigungen beschichtete Schnecke unterliegt prozessbedingt Verschleißmechanismen, welche die Lebensdauer der Schnecke beschränken, [2].

Im folgenden Kapitel wird genauer dargelegt, wie die Polymerextrusion, beschichtete Schnecken und der Verschleiß zusammenhängen und was das Ziel dieser Arbeit ist.

Der Leser wird in Kapitel drei mit dem Stand der Technik vertraut gemacht. Dabei wird im ersten Unterkapitel die Problematik der Stippenbildung, welche zu den angesprochenen Verunreinigungen führen, bei der Verarbeitung ungefüllter transparenter Thermoplaste erläutert. Im Weiteren werden die Grundlagen der PVD-Beschichtungen, die Verschleißmechanismen und das tribologische System bei der Extrusion betrachtet. In Kapitel vier werden die Untersuchungsmethoden vorgestellt und in Kapitel fünf die Proben charakterisiert. In Kapitel sechs und sieben werden jeweils die Ergebnisse der Stift-Scheibe und Stift-Rolle Verschleißprüfungen vorgestellt. In Kapitel acht werden die Ergebnisse analysiert, diskutiert, kritische Betrachtet und eine Modelhypothese aufgestellt. Kapitel neun beinhaltet eine kurze Zusammenfassung der Ergebnisse und gewonnenen Erkenntnisse.

## 2. Aufgabenstellung und Ziel der Arbeit

In der vorangegangenen Einleitung wurde ein Einblick in die Kunststoffsynthese und die Kunststoffextrusion gegeben und kurz angeführt, dass Extrusionsschnecken zur Verarbeitung von transparenten amorphen Thermoplasten beschichtet werden müssen. Abbildung 2-1 a) zeigt eine beschichtete Extrusionsschnecke. Die Beschichtungen werden aufgrund ihrer passivierenden und exzellenten antiadhäsiven Eigenschaften eingesetzt, um die angesprochene Stippen- und Belagbildung zu vermeiden.



**Abbildung 2-1:** a) Beschichtete Extrusionsschnecke b) Stegkannte

Im Rahmen dieser Arbeit wird das Verschleißverhalten der an den Stegoberkanten eingesetzten Werkstoffpaarungen dünnfilmbeschichteter Einschneckenextruder analysiert. Die Schneckenstegoberkanten sind in Abbildung 2-1 b) dargestellt. Als Prüffeld wird das Einsatzfeld ohne Additive, daher ungefüllte transparente Polymere betrachtet. Das Ziel, die Verbesserung des Verschleißverständnisses im vorgestellten System, wird durch eine Reihe von vergleichenden Prüfungen an Werkstoffpaarungen erreicht. Die gewählten Werkstoffe sind in der Polymerextrusion bereits etabliert. Als Substrat wird der Kaltarbeitsstahl 1.2379 verwendet. Als Verschleißschutzschichten wird eine Chromnitrid-, Chromnitrid/Chromoxid- und eine Titanaluminiumnitridbeschichtung geprüft. Hybride Verschleißschutzschichten auf Multilayerbasis bestehen meist aus elementaren Metallverbindingsschichten und keramischen Deckschichten. Diese Untersuchung wird drei zentrale Themenfelder zu den Werkstoffen und dem genannten Einsatzgebiet beleuchten:

### 1. Charakterisierung von Substrat und Verschleißschutzbeschichtungen

- Aufbau und Struktur des Substrates und der binären und ternären multilagen Verschleißschutzbeschichtungen
- Einfluss von Wärmebehandlungen auf die Gefügemorphologie und die mechanischen Eigenschaften des Substrates
- Einfluss der Wärmebehandlung und Beschichtung auf die ertragbare Schwingenspielzahl (Ermüdungsverhalten) unter zyklischer Biegebelastung

### 2. Untersuchung des Einflusses verschiedener Substratparameter auf das Verschleißverhalten in der Stift-Scheibe Prüfung

- Einfluss der Substratrauigkeit vor der Beschichtung auf die Endrauigkeit und das Verschleißverhalten
- Einfluss der Wärmebehandlung des Substrates vor der Beschichtung auf das Verschleißverhalten

### 3. Untersuchungen zum Verschleißverhalten im labornahen Stift-Scheibe Prüfstand gegenüber dem Extrudertribosystem nachempfundenen Stift-Rolle Prüfstand

- Einfluss der Prüfgeschwindigkeiten auf das Verschleißverhalten
- Einfluss der Verschleißprüfung auf das sich ausbildende Verschleißbild

Der Zusammenhang zwischen den in der Produktion auftretenden Belastungen und den in dieser Untersuchung angewendeten Untersuchungsmethoden wird in Abschnitt 3.5 hergestellt. Die Substratqualifikation erfolgt metallographisch. Die Schichten werden mittels konfokaler Laser-Scanning Mikroskopie, Rasterelektronenmikroskopie und fokussierter Ionenstrahltechnik charakterisiert und die kristalline Mikrostruktur und die Schichtnukleation untersucht.



### 3. Stand der Technik

In diesem Kapitel wird der Leser durch ausgewählte Themen an die Belagbildung, auch Stippenbildung genannt, den Verschleiß und mögliche Lösungen zur Verringerung beider Problematiken, welche im Rahmen dieser Arbeit untersucht werden, herangeführt. Zu Beginn wird der Mechanismus der Stippenbildung erläutert, eine Lösung in Form der Physical Vapor Deposition (PVD) Beschichtungen vorgestellt und anschließend erklärt, warum der die Stippenbildung vermindern Effekt der PVD-Beschichtung degenerierend ist. Anschließend werden die verschiedenen Verschleißmechanismen dargelegt. Das letzte Themengebiet befasst sich mit den PVD-Beschichtungen. Dabei werden der PVD-Prozess im Allgemeinen, die am häufigsten verwendeten Verfahrensvarianten sowie die Ausbildung der Beschichtung auf dem Substrat und Beschichtungen auf Chrom- und Titanbasis vorgestellt.

#### 3.1 Stippenbildung in der Polycarbonat-Extrusion

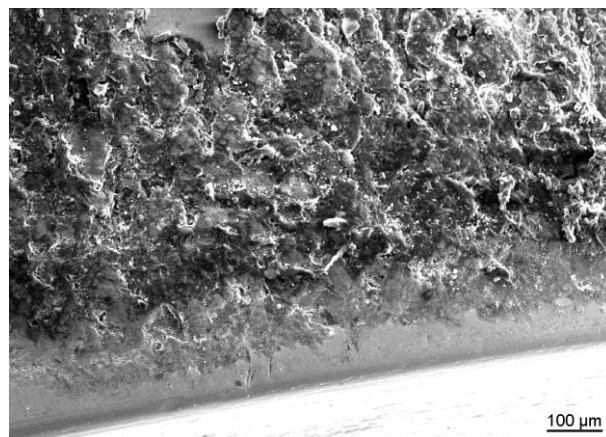
Transparente Polymere weisen viele Vorteile auf, welche diese für Kunden und damit für die industrielle Produktion in den Fokus rücken. Es lassen sich durch den Einsatz der Polymere ein flexibleres Design und eine Reduzierung des Gewichtes umsetzen. Weiter können die mechanischen Eigenschaften optimal auf den ausgewählten Einsatzbereich zugeschnitten werden, [3]. Bekannte transparente Kunststoffe sind Polymethylmethacrylat (PMMA), Polyvinylchlorid (PVC) und Polycarbonat (PC). Dabei zeichnet sich Polycarbonat durch seine hohe Zähigkeit, seine hohe Festigkeit, seine geringe Brennbarkeit und seine hohe Formbeständigkeit aus. Aus der Kombination von diesen Eigenschaften ergeben sich eine Vielzahl an Anwendungsmöglichkeiten. Zu nennen sind dabei der Einsatz als Gehäuse, als Isolierfolien, als Sicherheitsgläser und als optische Gläser, [4].

Das nach der Synthese granuliert vorliegende Polycarbonat ist im Vergleich zu anderen ungefüllten Kunststoffen sehr hart, [5]. Während des anschließenden Schmelzens und Extrudierens kann es zu Klebe- und Hafteffekten kommen. Dabei bilden sich anhaftende Grenzschichten zwischen Schmelze und der Stahloberfläche der Extruderschnecke aus. Es entstehen dunkle, feste Stippen auf der Schneckenoberfläche. Die anhaftenden Polymerpartikel werden durch die Schmelze im Laufe der Produktion abgeschert. Diese werden durch den Verfahrensteil der Maschine gefördert und können den Materialabtrag und Verschleiß fördern. Die Stippen werden in der Schmelze nicht wieder aufgeschmolzen. Aufgrund dessen gelangen diese in das Endprodukt und führen zu hohen Ausschussquoten, [5]. Die Entstehung von Anhaftungen ist Gegenstand der aktuellen Forschung. Es wird davon ausgegangen, dass sich Metallcarbonyle, welche durch die Komplexchemie beschrieben werden können, während des Extrusionsprozesses bilden, [6]. Um diesem Effekt entgegen zu wirken, wurden Schneckenwerkstoffe mit einem freien Chromgehalt über 12% eingesetzt. Die sich ausbildende passivierende Oxidschicht konnte die Menge an Anhaftungen stark verringern und die Produktion erhöhen. Eine reine Schneckenstegpanzerung mittels Co-Alloys (z.B. Stellite) oder Ni-Alloys wäre nicht zielführend, da die Schneckenkanäle weiterhin als Eisenspender fungieren würden. Eine vollständige Beschichtung mittels der genannten Legierungen ist nicht rentabel. Durch Nitrierung der Stahloberfläche kann das Verschleißverhalten stark verbessert werden, da sich der Stickstoff sowohl interstitiell im

Gitter einlagert als auch Carbonitride bildet. Durch diese Vorgänge werden Druckeigenspannungen im Gefüge eingestellt, der Widerstand gegen Abrasion und Adhäsion nimmt zu, [7][8]. Jedoch wurde festgestellt, dass nitrierte Stahloberflächen den Effekt der Stippenbildung verstärken. Dabei kann die Bindung zwischen den Stippen und der Nitrierschicht so hoch sein, dass sich Teile der Nitrierschicht mit ablösen, [5].

Erste Versuche mit PVD-Beschichtungen zum Verschleißschutz zur Verarbeitung abrasiv gefüllter Kunststoffe wurden mit Titannitridbeschichtungen vorgenommen. Die Passivierung der Schneckenoberfläche war dabei noch nicht das Ziel der Untersuchung. Die Ergebnisse bei der Verarbeitung von gefüllten Polymeren waren ernüchternd. Es zeigte sich der Nachteil der fehlenden Verschleißreserven. Sobald die Schicht geschädigt war, war die schützende Wirkung zerstört, [5].

Die schützende Passivschicht, welche sich bei einem hohen Chromgehalt im Schneckenstahl ausbildet, löst sich während des Extrusionsprozesses. Dadurch kann es zu Verunreinigungen im Produkt durch abgeplatzte Oxide kommen, zu Verschleiß an den nachfolgenden, an der Produktion, beteiligten Extrusionskomponenten und zu einer erneuten Stippenbildung. Um dieser Situation entgegen zu wirken, wurde bereits früh mit der Aufbringung von Passivschichten auf PVD-Basis experimentiert. Der Füllgrad der zu verarbeitenden Polymere liegt deutlich geringer, weshalb die Nachteile der fehlenden Verschleißreserven nicht gravierend sind. Die Anpassbarkeit der Schichten bezüglich Zusammensetzung, Aufbau, mechanischer Eigenschaften etc. erweist sich als großer Vorteil, [9].

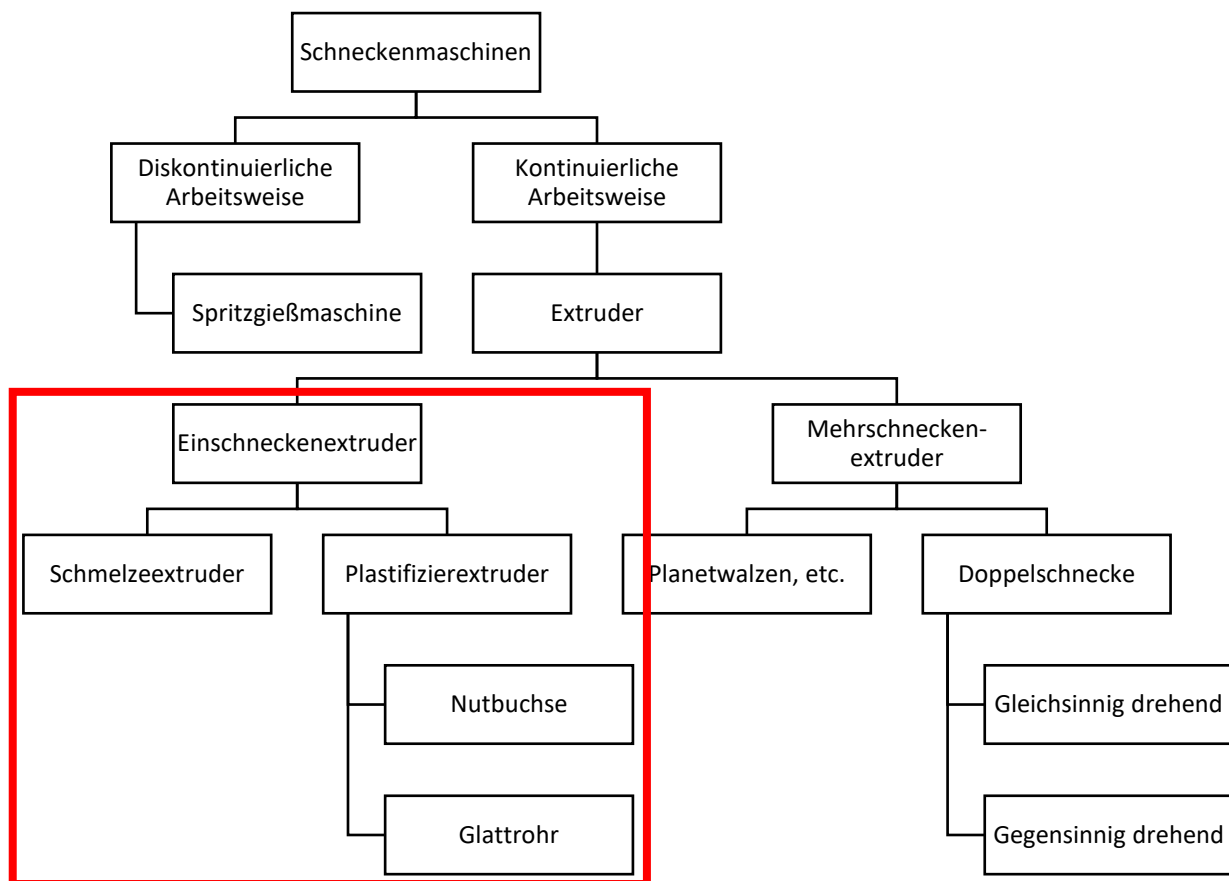


**Abbildung 3-1:** Belagbildung an einem Werkzeugdorn [6]

Diese Experimente mit passivierenden PVD-Beschichtungen sind auf die Ergebnisse weiterer Untersuchungen zurückzuführen, bei denen die geringe chemisch-physikalische Wechselwirkung zwischen Kunststoff und PVD-Beschichtung festgestellt wurde, [10]. Diese Untersuchungen bestätigten das hohe Potential der PVD-Beschichtungen. Durch das dichte Gefüge, die hohe Mikrohärte und gute Haftung auf dem Substrat konnte die Produktion gesteigert werden, [11]. In der Folge wurden weitere Versuche mit Chromnitrid unternommen. Dabei wurde eine höhere Härte als bei den Titannitridbeschichtungen gemessen, [12]. Mit steigender Produktionszeit tritt erneut das Phänomen der Stippenbildung auf. Es wird davon ausgegangen, dass durch Verschleiß die Diffusionsbarriere ihre schützende Wirkung verliert. Im folgenden Abschnitt werden die Verschleißmechanismen vorgestellt.

### 3.2 Schneckenmaschinen

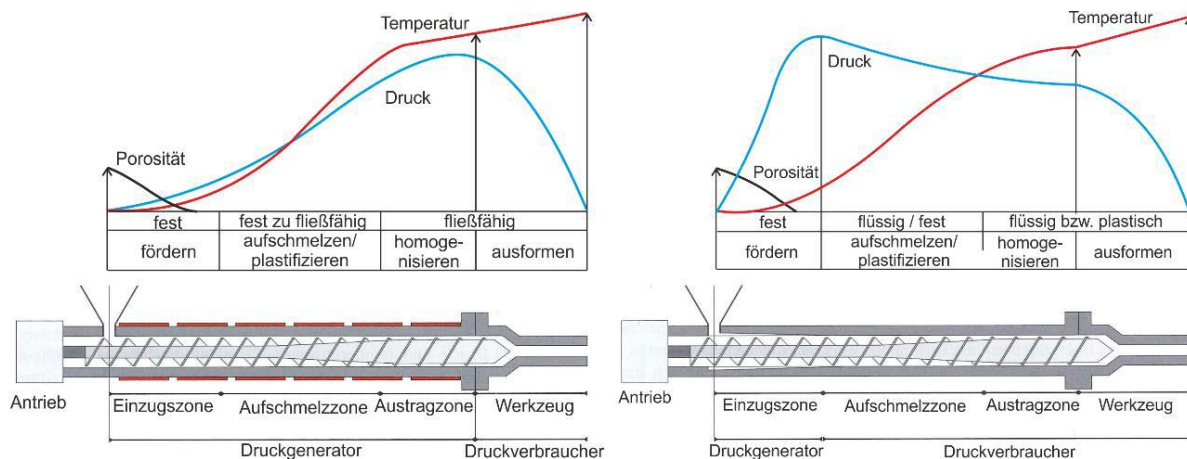
In diesem Kapitel werden die verschiedenen Kategorien der Schneckenmaschinen vorgestellt. In der Einleitung wurde bereits ein kurzer Einblick in die Hauptkategorien der Formgebung (Urformen) von Polymeren gegeben. Nach diesen beiden Kategorien findet auch die erste Einteilung der Schneckenmaschinen, in die diskontinuierliche Arbeitsweise der Spritzgießmaschinen und die kontinuierliche Arbeitsweise der Extruder statt. Dies ist in Abbildung 3-2 dargestellt.



**Abbildung 3-2:** Bauarten der Schneckenmaschinen [13]

Die weitere Unterteilung in Abbildung 3-2 findet in Einschnecken- und Mehrschneckenextruder statt. In dieser Arbeit wird das System der Einschneckenextruder behandelt, welches rot umrahmt ist. Der Einschneckenextruder entsprechend der Speisungsart unterteilt. Bei einem Schmelzeextruder wird bereits flüssige Polymerschmelze zugeführt, welche zum Beispiel im Extruder homogenisiert wird. Ziel ist dabei die Erhöhung der Produktqualität. Die mit granuliertem Polymer betriebenen Einschneckenextruder werden als Plastifizierextruder bezeichnet, [13]. Dabei wird in Glattrohreextruder und Nutbuchsenextruder unterschieden, welche in Abbildung 3-3 dargestellt sind. Die im Einzugsbereich vorhandene Nut im Nutbuchsenzylinder erhöht die Förderleistung, wodurch mehr Granulat eingezogen wird. Die Schüttdichte des Granulates wird stark erhöht, es kommt infolge des hohen Druckes zu einem Plastifizieren und Aufschmelzen der Grenzflächen der Polymerkörner. Dieses Aufschmelzen wird durch die intrinsische Reibung des

Polymergranulates und der extrinsischen Reibung mit der Zylinderwand gefördert. Dabei wird in manchen Nutbuchsenextrudern eine solche Wärmemenge umgesetzt, dass die Zylinder zusätzlich von außen gekühlt werden müssen, [5]. Ziel der Kühlung ist, ein Rücklaufen der Polymerschmelze in die Nuten zu verhindern, da sonst eine Negierung der Förderleistung stattfinden würde und die damit verbundene Produktivität sinkt. Der maximale Druck herrscht, wie in Abbildung 3-3 dargestellt, bei einem Glattrohretruder erst im hinteren Drittel des Zylinders. Der Nutbuchsenzylinder baut diesen bereits zu Beginn auf und hält den Druck auf einem hohen Niveau, [14]. Der Druckverlauf ist dabei in Abbildung 3-3 blau dargestellt, der Temperaturverlauf rot.



**Abbildung 3-3:** Druckaufbau im Einschneckenextruder: Glattrohretruder (links), Nutbuchsenextruder (rechts) [15]

Der veränderte Druckverlauf ist auch in Abbildung 3-3 dargestellt. Standardmäßig werden in konventionellen Extrudern Dreizonenschnecken betrieben. Die drei Zonen der Extruderschnelle und die markantesten lokal vorherrschenden Verschleißmechanismen werden in Kapitel 3.5 beschrieben.

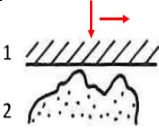
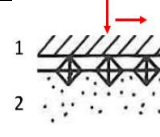
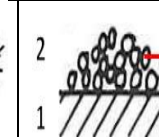
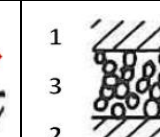
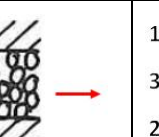
### 3.3 Verschleißmechanismen

Verschleiß ist ein entscheidender Faktor, welcher die Lebensdauer von Maschinen begrenzt. Verschleiß lässt sich kategorisieren und in verschiedene Untergruppen aufgrund typischer Merkmale einteilen. Diese werden im nachfolgenden Abschnitt vorgestellt. Die Bauteileigenschaften können sich durch Verschleiß zum negativen entwickeln, jedoch kann Verschleiß auch gezielt genutzt und daher gewollt sein, zum Beispiel bei dem Einlaufverhalten von Gleitlagern. Zumeist wird Verschleiß als fortschreitender Materialverlust aus der Oberfläche bezeichnet, welcher infolge von Oberflächenkontakt erfolgt, gepaart mit einer Relativbewegung der Körper. Ist die Ursache nicht mechanisch, sondern chemisch oder elektro-chemisch, spricht man von Korrosion, [16].

#### 3.3.1 Abrasionsverschleiß

Abrasiver Verschleiß wird durch Kontakt von einem harten und einem Werkstoff mit geringerem Härtegrad hervorgerufen. Der harte Werkstoff wird in den weichen Werkstoff hineingedrückt, unter der Last plastiniert der weichere Werkstoff und durch die Relativbewegung der Körper entsteht eine Furchung. Teile des weicheren Werkstoffes werden abgetragen, es ergibt sich das charakteristische Bild einer gefurchten Oberfläche, [17].

**Tabelle 1:** Kategorien des Abrasionsverschleißes mit Beispielen [5]

Bezeichnung	Zweikörper-Abrasiveverschleiß			Dreikörper- Abrasiveverschleiß	
Symbol					
Grundkörper 1	Verschleißende Festkörperoberfläche				
Gegenkörper 2	Rauer massiver Abrasivstoff	Abrasivstoff im Gegekörper gebunden	Lose Abrasivstoffe	Verschleißende Festkörperfläche	
Zwischenstoff 3	-	-	-	Fest (körnig)	Flüssig + Abrasivstoffe
Umgebungsmedium	Flüssig, gasförmig				
Praxisbeispiele	Baggerzähne	Schleifverfahren	Feststofftransport	Zerkleinerungs- und Mahlprozesse	Spritzgießen-verstärkter Kunststoffschmelzen

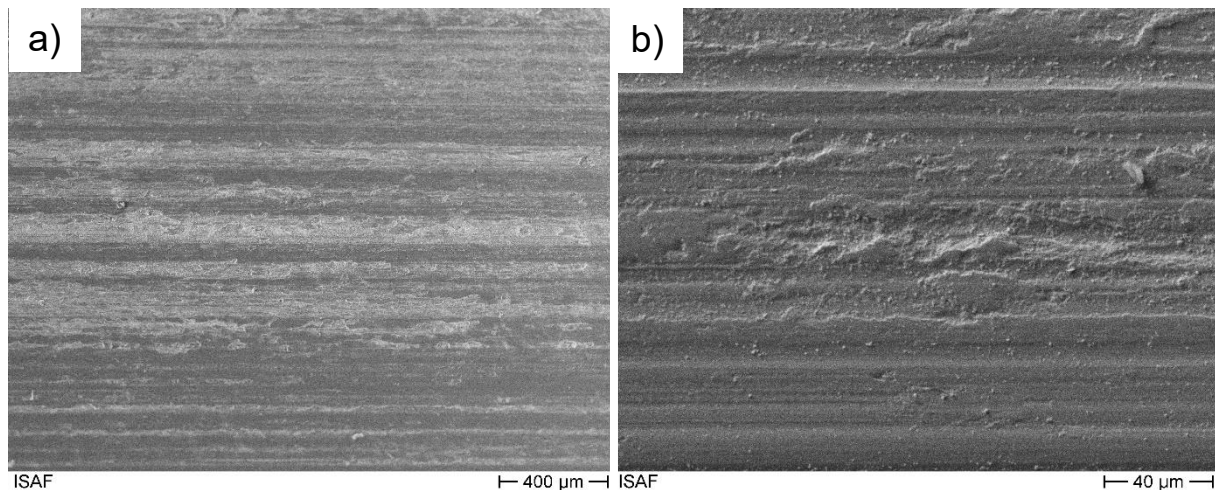
Der Abrasionsverschleiß wird nach der Anzahl der wirkenden Körper unterschieden, in Zwei- und Dreikörper-Abrasionsverschleiß. Beispiele dafür sind in Tabelle 1 dargestellt. Zweikörperverschleiß entsteht durch direkten Oberflächenkontakt der beiden Tribosystempartner. Beim Dreikörperverschleiß haben Festkörperpartikel Einfluss auf die

Wirk- und Kontaktfläche und damit den Verschleiß. Es können sich Abrasivgüter in weiche Materialien einlagern, sodass während der Belastung sich der Abrasionsverschleiß von einem drei- in einen zweikörper Abrasionsverschleiß ändern kann. Dies ist unidirektional möglich, sodass durch das Furchen eines Zweikörper-Abrasionsverschleißes auch weitere Partikel entstehen können, die zu einem Dreikörper-Abrasionsverschleiß führen können.

### **3.3.2 Adhäsionsverschleiß**

Adhäsionsverschleiß findet zwischen zwei Reibpartnern an den Kontaktflächen statt. Eine mechanische Spannung ist der Widerstand eines Körpers gegen Verformung durch eine wirkende Kraft. Diese Kraft kann von außen wirken (extrinsisch) als Belastung oder von innen (intrinsisch) infolge von Materialfehlern und wird dann als Eigenspannung bezeichnet. Der Körper kann nur bis zu einer Grenzspannung eine Belastung ertragen. Bis zum Erreichen der Fließgrenze findet eine reversible, elastische Verformung statt. In der lokalen Kontaktzone der zwei Reibpartner wird die anliegende Spannung durch elastische, bei Überschreiten einer Fließgrenze, elastisch-plastische Verformung abgebaut. Bei elastisch-plastischer Verformung steigt die Spannung im Bauteil nur langsam an. Die dabei wirkenden Energien ermöglichen neben dem Abgleiten der Atomlagen (plastifizieren) auch wandern von Atomen zwischen den beiden Reibpartnern. Es finden Diffusionsprozesse statt, die Kontaktspitzen der technischen Oberflächen werden verschweißt. Der Begriff der technischen Oberflächen wird in Abschnitt 3.4 weiter betrachtet. Bewegen sich die Reibpartner weiter, brechen die Verbindungen und es entsteht Materialauf- oder Materialabtrag. Einflussgrößen für die Diffusion sind Zeit, Temperatur und Druck, [18]. Werkstoffe mit einem hohen Anteil metallischer Bindungen neigen eher zu Mikroverschweißungen als Werkstoffe mit einem hohen ionischen oder kovalenten Bindungsanteil. Die Bindungstypen werden im Abschnitt 3.6.4 weiter erläutert. Es wird berichtet, dass häufig ein Materialübertrag vom weicheren zum härteren Kontaktpartner stattfindet. Dies lässt sich ebenfalls mit den unterschiedlichen Bindungstypen erklären. Ein weiterer Einflussfaktor ist die Gitterstruktur. Die Adhäsionsneigung nimmt in der Reihenfolge kfz – krz – hexagonal ab. Die sich einstellende Gitterstruktur ist jedoch unter anderem von den sich ausbildenden Bindungen zwischen den Atomen abhängig, [19].

In Abbildung 3-4 ist ein Stahl 1.8550 nach adhäsiver Belastung abgebildet. Der Stahl wurde auf 52 HRC vergütet und anschließend bei einer Temperatur von 515° für insgesamt 168 Stunden nitriert. Die Nitriertiefe beträgt 0,6 mm. Die Oberfläche zeigt Ausbrüche und Quetschungen auf, ein Materialübertrag hat stattgefunden. Die Riefen sind weniger klar ausgearbeitet als bei abrasivem Verschleiß, was auf die Verformung während des Abbrechens der Mikroverschweißungen zurück zu führen ist.

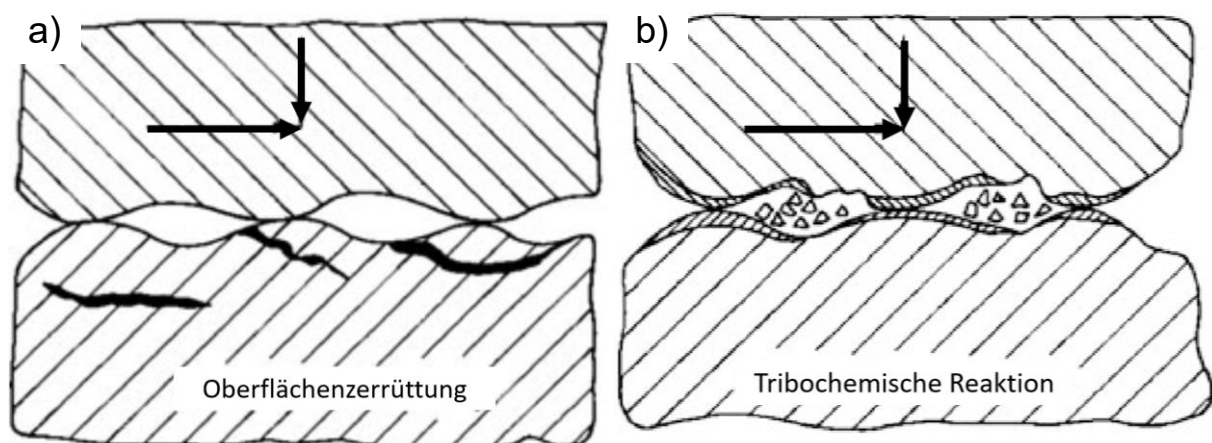


**Abbildung 3-4:** Adhäsive Verschleißerscheinungen an einem nitrierten 1.8550-Stahl  
a) Übersichtsaufnahme b) Vergrößert

Optimierungen zur Senkung des Adhäsionsverschleißes sind zahlreich und lassen sich mechanisch oder thermochemisch durchführen. So kann die Oberfläche durch Kugelstrahlen (mechanisch) kaltverfestigt oder rolliert werden. Dies erhöht die Versetzungsdichte, die Diffusion wird erschwert. Thermochemisches Nitrieren und Borieren senken die Adhäsionsneigung, da sich die Atome interstitiell einlagern, damit die Diffusion behindern und die Bindungstypen, durch Bildung von Nitriden und Boriden, zu einem höheren Anteil an kovalenten und ionischen Bindungen abändern.

Hohe Temperaturen, Drücke und lange Standzeiten sind in der Umformtechnik sehr häufig anzutreffen. Hier werden bereits seit längerem Stähle wie der 1.2379, welcher im Abschnitt 5.1 näher beschrieben wird, eingesetzt. Diese Stähle werden im üblicherweise vergüteten Zustand nitriert, hartverchromt oder mittels PVD-Verfahren beschichtet, [20].

### 3.3.3 Weitere Verschleißmechanismen und Verschleißarten



**Abbildung 3-5:** Schematischer Ablauf der a) Oberflächenzerrüttung b) Tribochemischen Reaktion [21]

### Oberflächenzerrüttung:

Die Oberflächenzerrüttung entsteht meist durch zyklische Belastung. Infolge hohen Druckes auf die Oberfläche findet an lokalen Imperfektionen im Werkstoff ein abgleiten der Versetzungen statt. Die plastische Deformation findet nicht an der Oberfläche, sondern im Werkstoffgrund statt. Mit der Zeit kommt es zu lokalen Verfestigungen, Gründe dafür können das Aufstauen der Versetzungen oder das Umklappen von Atomgittern sein. Eine Ermüdung des Werkstoffes resultiert aus den genannten Vorgängen. Die Folgen sind als Rissausbildung sichtbar, welche schematisch in Abbildung 3-5 a) dargestellt wird. Diese wachsen bis zur Oberfläche weiter und es kommt nicht nur zu Rissen, sondern auch zu Materialausbrüchen. Besonders häufig tritt dies bei hohen Hertz'schen Pressungen, wie bei Wälzlagern und Zahnradpaarungen, auf, [21].

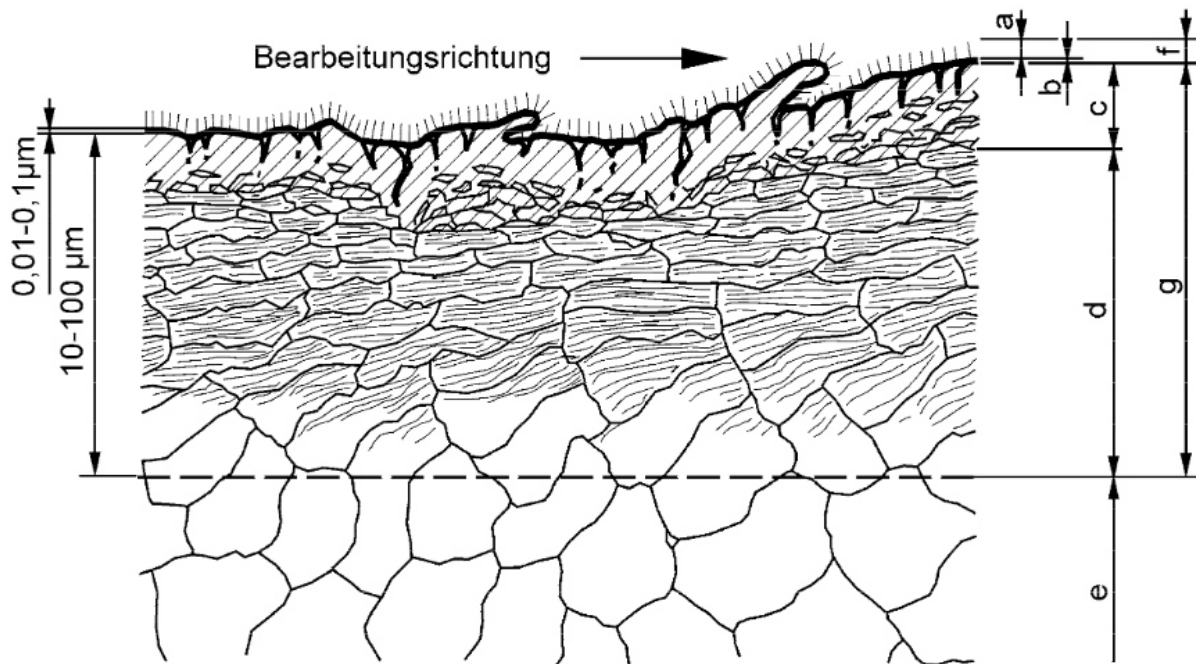
### Tribochemische Reaktionen:

Zwischen Festkörper, Schmierstoff und Umgebungsmedium können tribochemische Reaktionen entstehen. Durch thermische oder mechanische Aktivierung wird die chemische Reaktionsbereitschaft und Reaktionsgeschwindigkeit im Kontaktbereich erhöht. Durch andere Verschleißmechanismen können passivierte Oberflächen durchdrungen und die darunterliegende aktive Werkstoffoberfläche freigelegt werden. Die Bildung einer Reaktionsschicht bei Anwesenheit additiver Schmierstoffe und Luftsauerstoffe ist als dynamischer Prozess aufzufassen. Hierbei sind als Einflussgrößen Fehlstellen, Temperatur- und Spannungsgradienten zu nennen. Durch die Ausbildung der Reaktionsschicht kann sich der Materialabtrag sowohl erhöhen als auch verringern, [22]. Eine Ausbildung des Tribofilms wird entscheidend von wirkenden Kräften beeinflusst. So kann davon ausgegangen werden, dass bei größeren Kräften eine schnelle Ausbildung des Tribofilms erfolgt, [23].



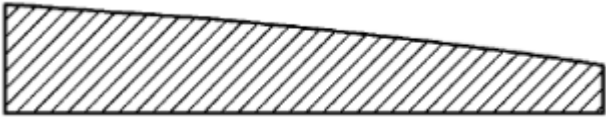


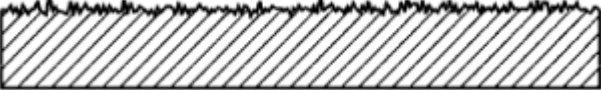
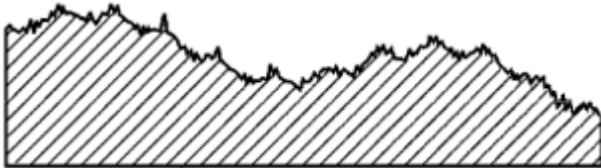
### 3.4 Makro- und Mikrogeometrie technischer Oberflächen

Die Kontaktzone ist für den Verschleiß entscheidend. Oberflächen werden theoretisch als plan angenommen, weshalb beide Körper bei Kontakt sich auf der ganzen Fläche abstützen. Jedoch unterliegen technische Oberflächen mikrogeometrischen Unebenheiten, wodurch diese zerklüftet sind. Im Folgenden wird näher auf diese Zerklüftungen eingegangen und wie diese Imperfektionen beschrieben werden können.



**Abbildung 3-6:** Schematische Darstellung der Werkstoffoberfläche nach Bearbeitung [24]

Erfolgt zerspanend Materialabtrag an der Oberfläche durch Schleifen, bildet sich eine typische Struktur aus, welche in der Abbildung 3-6 dargestellt ist. Der mit a markierte Bereich deutet einen Schmierfilm aus Öl an, welcher sich nach der Bearbeitung bildet. Darunter liegt eine Reaktionszone b, in der eine Reaktion der aktivierten Werkstoffoberfläche und der Umgebung stattgefunden hat. Abbildung 3-6 c) und Abbildung 3-6 d) sind unterschiedlich stark verformte Gefüge. Diese können sich in der Härte, durch zum Beispiel Kaltverfestigung oder durch die vorliegenden Eigenspannungszustände unterscheiden. Erst darunter befindet sich unbeeinflusster Grundwerkstoff. Infolge der Bearbeitung kann es zu Gestaltabweichungen der Oberfläche kommen, [24]. Nach DIN 4760 können die Gestaltabweichungen in Formabweichungen, Welligkeiten und Rauheiten unterteilt werden. Dies ist in Abbildung 3-7 dargestellt. Um die Gestaltabweichung der technischen Oberfläche von der idealen glatten Oberfläche bestimmen zu können, muss dazu die Oberfläche abgetastet werden. Dies kann unter anderem mit dem im Abschnitt 4.4 vorgestellten konfokalen Laserscanning Mikroskop durchgeführt werden.

Gestaltabweichung (als Profilschnitt überhöht dargestellt)	Beispiele für die Art der Abweichung	Beispiele für Entstehungsursache
1. Ordnung Formabweichung 	Unebenheiten Ungeradheit Unrundheit	Fehler in Führungen von Werkzeugmaschinen
2. Ordnung Welligkeit 	Wellen	Außermittige Einspannung, Form- oder Lageabweichungen
3. Ordnung Rauheit 	Rillen	Form der Werkzeugschneide, Vorschub oder Zustellung
4. Ordnung Rauheit 	Riefen Schuppen Kuppen	Vorgänge bei Spanbildung (Reißspan, Scherspan, Aufbauschneide)
5. Ordnung: Rauheit Anmerkung: nicht mehr in einfacher Weise bildlich darstellbar	Gefüge- struktur	Kristallisationsvorgänge, Veränderung der Oberfläche durch chemische Einwirkung
6. Ordnung: Rauheit Anmerkung: nicht mehr in einfacher Weise bildlich darstellbar	Gitteraufbau des Werkstoffs	
1. bis 4. Ordnung: Überlagerung 	Überlagerung der Gestaltsabweichungen 1. Bis 4. Ordnung zur Istoberfläche	

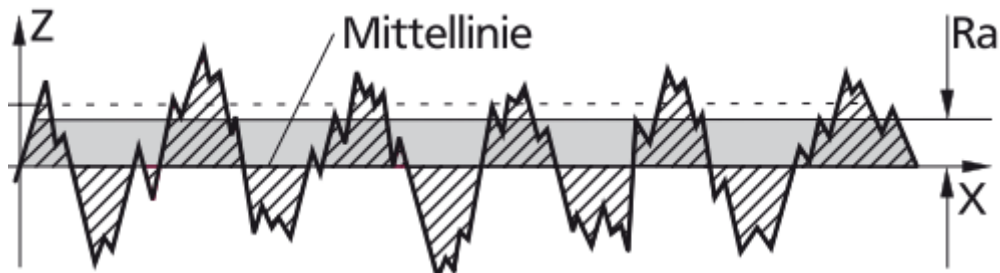
**Abbildung 3-7:** Ordnungssystem für Gestaltabweichungen nach DIN 4760

Die Anzahl an Ordnungen, die aufgewendet wird um die Oberflächenrauheit zu beschreiben, deutet die Wichtigkeit der Rauigkeit für technische Oberflächen an. Im Folgenden werden die Rauigkeitsgrößen, mit welchen im späteren Verlauf dieser Arbeit die Oberflächen beschrieben werden, vorgestellt. Diese genormten Vorzugs-Messgrößen sind nach DIN 4762 definiert und werden auf der folgenden Seite dargestellt [17]:

Mittenrauwert  $R_a$ :

Der Mittenrauwert  $R_a$  ist der arithmetische Mittelwert der Beträge aller Profilwerte des Rauheitsprofils, [25]. Dieser wird nach Gleichung (1) beschrieben. Die Länge  $l_a$  ist dabei die Gesamtmesslänge der Messtrecke.

$$R_a = \frac{1}{l_a} \int_0^l |Z(x)| dx \quad (1)$$



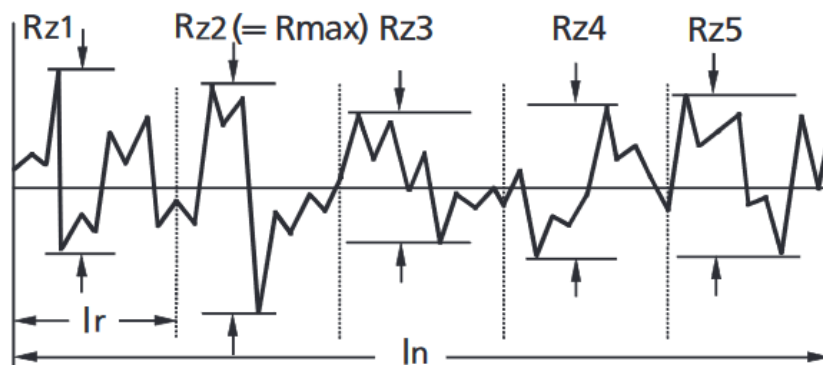
**Abbildung 3-8:** Bestimmung des Mittenrauwertes  $R_a$  [25]

In der Abbildung 3-8 sind die Messgrößen für die Berechnung nach Gleichung (1) dargestellt.

Gemittelte Rautiefe  $R_z$ :

Die gemittelte Rautiefe  $R_z$  wird durch Einzelrautiefen von fünf aufeinander folgenden Einzelmessstrecken  $l_n$  aus dem Rauheitsprofil bestimmt, wie in Gleichung (2) beschrieben.

$$R_z = \frac{1}{5} (R_{z1} + R_{z2} + R_{z3} + R_{z4} + R_{z5}) \quad (2)$$

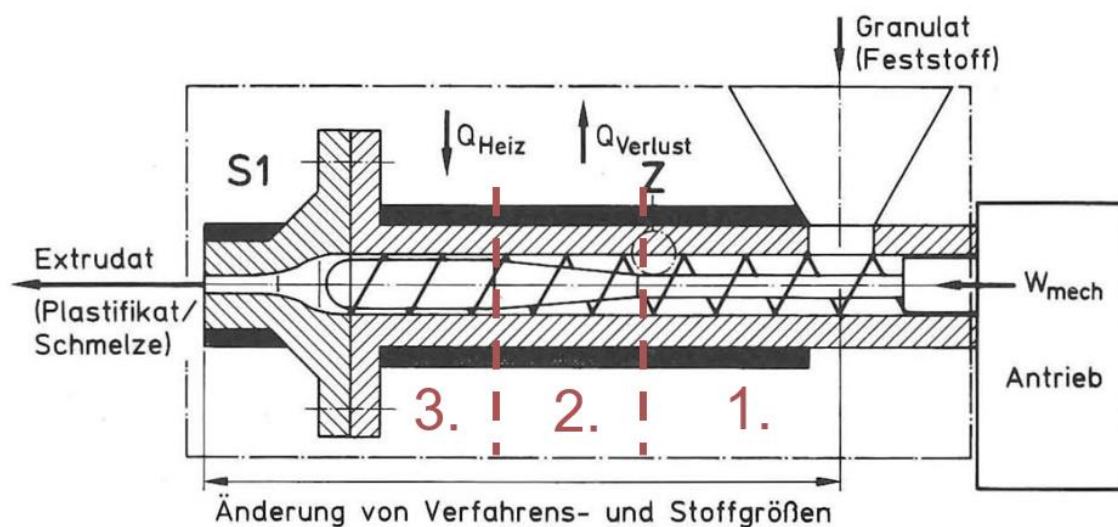


**Abbildung 3-9:** Bestimmung der Rautiefe  $R_z$  [25]

In der Abbildung 3-9 sind die Messgrößen für die Berechnung nach Gleichung (1) dargestellt.

### 3.5 Tribologisches System der Polymerextrusionsmaschinen

Nachdem die Verschleißarten im Allgemeinen vorgestellt wurden, soll der Fokus nun auf die im tribologischen System der Extrusion ungefüllter Polymere vorherrschenden Mechanismen gelegt werden. Dazu muss der Aufbau eines Einschneckenextruders erläutert werden. Der Extruder ist in verschiedene Zonen, den Feststoffbereich, den Umwandlungsbereich und den Schmelzbereich unterteilt. Das Polymer ist in jedem Bereich einer unterschiedlichen Kombination von Druck und Temperatur ausgesetzt, was sich auch in dem lokalen Verschleiß widerspiegelt.



**Abbildung 3-10:** Unterschiedliche Zonen eines Polymerextruders [5]

Der Aufbau ist in Abbildung 3-10 dargestellt. Das Polymer wird im Feststoffbereich eingefüllt und liegt hier bei geringen Temperaturen und niedrigem Druck in festem und hartem Zustand vor. Es kommt zu einem Stau des Granulates, dieses wird durch das nachgefüllte Granulat und den sich erhöhenden Gegendruck kompaktiert. Das Polymer reibt dabei sowohl an der Schnekenoberfläche als auch intrinsisch an den Granulatkorngrenzen, wobei die Berührungspunkte sehr klein sind und hohe Flächenpressungen vorliegen. Das Granulat ist durch das Einfüllen noch heterogen in der Einzugszone der Maschine verteilt, wodurch es unterschiedlich stark auf die Schnecke gepresst wird und die Schnecke ausgelenkt werden kann. Es kommt zu einem ungeschmierten, da das Polymer noch nicht vollständig aufgeschmolzen vorliegt, lokalen Festkörperkontakt zwischen Extruderzylinder und Schneckensteg. Mit fortschreitender Verarbeitung schmelzen infolge der intrinsischen Reibung und der zugeführten Wärme die Partikel an, die Kantenbereiche schmelzen auf und eine homogenere Lastverteilung infolge der vergrößerten Kontaktflächen zwischen den Polymerpartikeln entsteht.

Der zweite Bereich ist der Umformbereich. In diesem Bereich reduziert sich die Tiefe der Schneckenuten, wodurch sich der Druck auf das Granulat und die Reibung erhöht. Es schmelzen nicht nur die Kanten des Polymers auf, sondern große Teile gehen infolge des

hohen Drucks und der durch plastische Verformung sich entwickelnden Wärme in die Schmelze über.

Im dritten und letzten Bereich, dem Schmelzebereich ist das Polymer bereits vollständig aufgeschmolzen. In allen Bereichen kann es durch die Zugabe von Füllstoffen wie z.B. Glasfasern dazu kommen, dass abrasiver Verschleiß auftritt. Dies wird im Folgenden nicht weiter beachtet, da diese Arbeit sich mit der Verarbeitung ungefüllter Polymere auseinandersetzt. Die einzelnen Mechanismen sind zusammenfassend in Tabelle 2 eingetragen, [5].

**Tabelle 2:** Verschleißmechanismen im Extruder

Bereich	Mechanismen	Ursache
1 Feststoffbereich	Adhäsion, Ausbrüche	Auslenkung durch harte Polymere
2 Umformbereich	Adhäsion	Flüssiger Kunststofffilm auf Stegkanten trägt nicht genügend
3 Schmelzbereich	Adhäsion, Ausbrüche	Flüssiger Kunststofffilm auf Stegkanten trägt nicht genügend

**Tabelle 3:** Reduktion eines Tribosystems nach Kategorien (Kategorisierungsgedanke) der tribologischen Prüfung

Kategorie	Art des Versuchs Beanspruchungskollektiv		Systemstruktur	
I	Betriebs- bzw. betriebsähnliche Versuche	Betriebsversuch (Feldversuch)	Originalbauteile	Komplette Maschine / komplette Anlage
II		Prüfstandversuche mit kompletter Maschine oder Anlage		Komplette Maschine / komplette Anlage
III		Prüfstandversuche mit Aggregat oder Bauteilgruppe		Komplettes Aggregat / Baugruppe
IV	Versuche mit Modellsystem	Versuche mit unverändertem Bauteil oder verkleinertem Aggregat	Modellproben	Herausgelöste Bauteile / verkleinertes Aggregat
V		Beanspruchungsähnlicher Versuch mit Probenkörpern		Teile mit vergleichbarer Beanspruchung
VI		Modellversuch mit einfachen Probenkörpern		Einfache Probenkörper

Eine akkurate Betrachtung ist notwendig, um das System möglichst genau nachzustellen. Ziel ist, die bestimmenden Einflussgrößen zu identifizieren und analysieren zu können. Dabei kann

eine Kombination der einzelnen Prüfungen vorgenommen oder selektiv Effekte und deren Einfluss näher betrachtet werden. Ein Blick auf den Kategorisierungsgedanken hilft dabei weiter. Die Schädigungen werden in die vorher vorgestellten Verschleißkategorien eingeteilt und entsprechend getestet.

Im Rahmen dieser Arbeit werden sowohl Proben aus Originalbauteilen geprüft, als auch Modellproben. Die Rauigkeit wird an für die Produktion vorgesehen Extrusionsschnecken geprüft. Dies wird in Abschnitt 6.1 vorgestellt. Die Verschleißversuche laufen an Modellsystemen, welche in Kapitel 4 vorgestellt werden ab. Für diese Modellsysteme werden Modellproben angefertigt, welche der vorher untersuchten Extrusionsschnecke nachempfunden sind. Durch zyklische Dosierung des granulierten Polymers und das Anfahren der Extruderschnecke kann es zu einer schwingenden Belastung der Schnecke kommen, [5]. Diese wird durch die Ermüdungsversuche in Abschnitt 6.2 simuliert.

### 3.6 Dünnschichten mittels physikalischer Gasphasenabscheidung (PVD)

In diesem Kapitel werden Grundlagen der Beschichtung mittels physikalischer Gasphasenabscheidung (engl. Physical Vapor Deposition) vorgestellt. Es wird der grundlegende Verfahrensablauf des PVD-Prozesses, einzelne Verfahrensvarianten, das Schichtwachstum und Schichtsysteme auf Chrom- und Titanbasis vorgestellt.

#### 3.6.1 Grundlegender Verfahrensablauf des PVD-Beschichtungsprozesses

Alle PVD-Verfahren lassen sich grob in drei Verfahrensschritte einteilen, das Erzeugen der Dampfphase, der Transport der Teilchen zum Substrat und die Schichtbildung auf der Werkzeugoberfläche, [26].

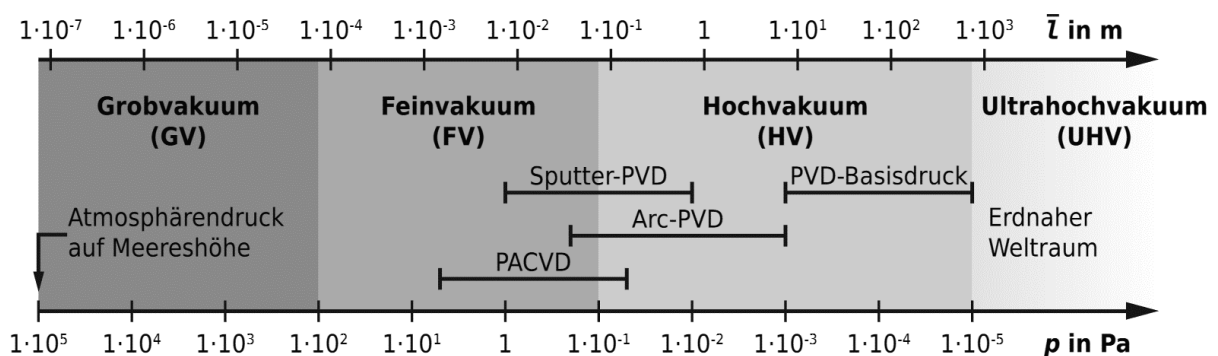
Der Prozess findet in einem evakuierten abgeschlossenen Raum statt, unter anderem um den Transport der Teilchen zum Substrat zu vereinfachen. Die Atmosphäre wird aus dem Raum gesaugt (evakuiert). Nach DIN 28400-1 [27] wird der Zustand eines Gases als Vakuum bezeichnet, wenn

- Der Druck  $p$  des in einer Kammer enthaltenen Gases und entsprechend die Teilchenzahldichte  $n$  geringer ist als außerhalb

oder

- $P < 3 \cdot 10^{-4}$  Pa (niedrigster auf der Erdoberfläche vorkommender Atmosphärendruck) gilt.

Dabei wird das Vakuum in verschiedene Bereiche, abhängig vom jeweiligen Druck eingeteilt werden, wie in Abbildung 3-11 dargestellt. Die PVD-Prozesse werden im Fein- und Hochvakuum durchgeführt. Dabei liegt der PVD-Basisdruck, der in der Kammer vorherrscht bevor ein Prozessgas zugeführt wird zwischen  $10^{-3}$  Pa und  $10^{-5}$  Pa. Durch die Zuführung des Prozessgases steigt der Druck zum Beispiel beim arc-PVD Verfahren auf  $10^{-1}$  Pa bis  $10^{-3}$  Pa.



**Abbildung 3-11:** Vakuumbereiche gemäß DIN 28400-1 und Gegenüberstellung der mittleren freien Weglänge  $\bar{l}$  eines Gasmoleküls in Luft ( $\theta=20$  °C) sowie Einordnung relevanter Druckbereiche der PVD- und PACVD-Beschichtungstechnologie [28]

In der Kammer befindet sich das zu beschichtende Substrat und das aufzubringende Target. Auf das Target wird meist durch Laserstrahlen, Ionenbeschuss, Elektronenbeschuss oder Lichtbogenentladungen Energie übertragen, welche Teile des Targets in die Dampfphase

übergehen lassen. Der Anteil der Atome, Ionen oder Atomcluster ist verfahrensabhängig und beeinflusst die Qualität der sich ausbildenden Schicht stark. Das verdampfte Material kann durch Felder gelenkt werden und bewegt sich auf das Werkstück zu. Während des Auftreffens auf das Werkstück haftet das verdampfte Material am Substrat an und bildet eine Schicht aus. Das Schichtwachstum wird nachfolgend in Kapitel 3.6.3 erläutert. Die Evakuierung auf ca.  $10^{-4}$  mbar findet statt, um auf dem Weg zwischen Target und Substrat Kollisionen zwischen den in die Dampfphase überführten Atomen und Atomen der Atmosphäre zu vermeiden. Kollisionen zwischen Atomen der Atmosphäre und den verdampften Targetmaterial würden die Targetatome ablenken und sind somit unerwünscht. Nach Herstellen des Vakuums, wird entsprechend der Verfahrensvariante ein Gas eingeleitet. Dabei bleibt der Druck jedoch weiterhin konstant niedrig. Bei den eingeleiteten Gasen wird zwischen Prozessgas und Reaktivgas unterschieden. Das Prozessgas ist meist ein Edelgas, welches durch Ionisation Energie während des Prozesses übertragen soll und nicht in der Beschichtung eingebaut wird. Das Reaktivgas soll mit den herausgeschleuderten Targetatomen reagieren und sich in die Schicht einbauen. Bei einer Chromnitrid Beschichtung würde beispielsweise als inertes Prozessgas Argon verwendet, als Targetmaterial Chrom mit einer Reinheit von 99,9% und als Reaktivgas Stickstoff. Bei den bisher angegebenen Drücken wird vom Druck des Prozessgases in der Beschichtungskammer ausgegangen. Über den Druck des Reaktivgases lässt sich sehr genau die stöchiometrische Zusammensetzung und damit auch die mechanischen Eigenschaften der wachsenden Schicht einstellen, [29]. Die mittlere freie Weglänge  $\bar{l}$  bezeichnet die Strecke, die ein Atom zurücklegt, bis es mit einem anderen Atom zusammenstößt und ist definiert als:

$$\bar{l} = \frac{1}{\sqrt{2}n\sigma} = \frac{1}{\sqrt{2}n\pi d_m^2} \quad (3)$$

Dabei ist  $n$  die Teilchendichte,  $d_m$  der mittlere Teilchendurchmesser des Gases und die Streuung der Teilchen wird durch den Wirkungsquerschnitt  $\sigma$  bestimmt, [30]. Ist die mittlere freie Weglänge zu gering, folgt ein heterogener und langsamer Schichtaufbau. Da der Flugweg der Teilchen linear ist, kommt es bei verwinkelten Bauteilen zu einem ungleichmäßigen Materialauftrag. Um dies zu vermeiden, rotiert das Substrat meist in der Beschichtungskammer, [30].

### 3.6.2 Verfahrensvarianten

Die PVD-Verfahren laufen nach den im vorherigen Kapitel vorgestellten Prozessschritten ab. Jedoch unterscheiden sich die Prozesse bei der Überführung des Targets in die Dampfphase. Im Wesentlichen wird dabei unterschieden zwischen thermischer Verdampfung (z.B. Lichtbogenverdampfung) und der Zerstäubung (Sputtern). Hier werden die für diese Arbeit relevanten Verfahrensvarianten vorgestellt, [31].

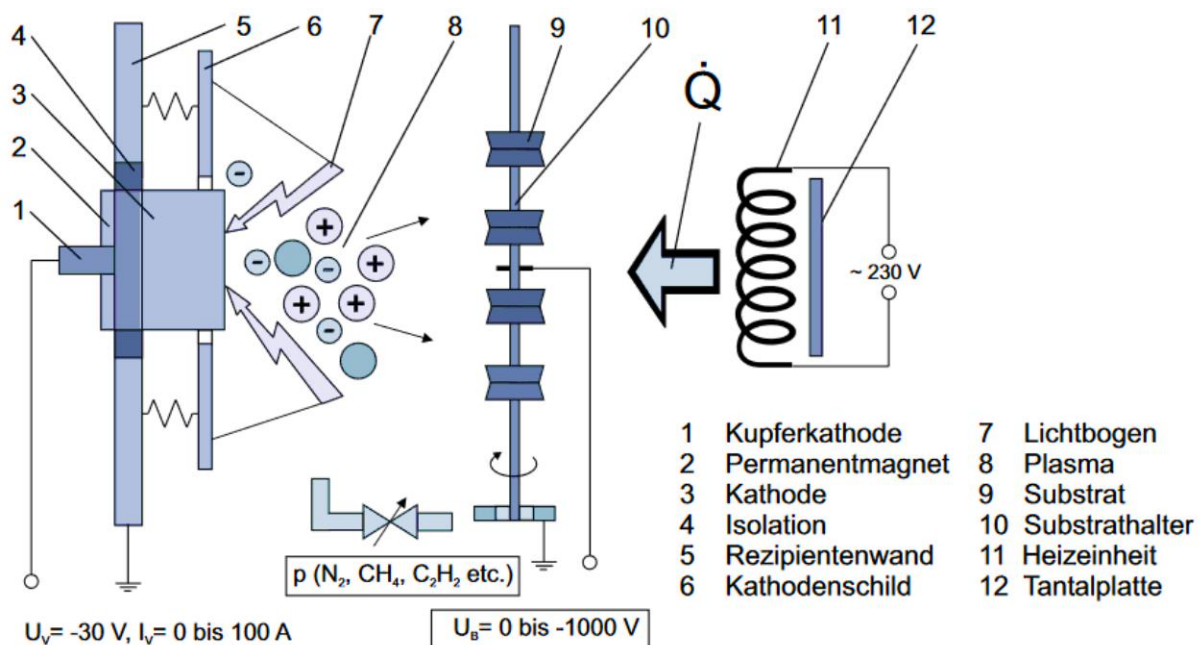
#### 3.6.2.1 Lichtbogenverdampfen (arc-PVD)

Das Lichtbogenverdampfen ist ein etabliertes PVD-Beschichtungsverfahren und zeichnet sich durch seinen hohen Ionisationsgrad aus. Der Ionisationsgrad beschreibt die Anzahl an Atome, welche ionisiert aus dem Target herausgelöst werden, der Anteil beim Lichtbogenverdampfen



beträgt hierbei über 90%. Dies liegt an der hohen Energiedichte, welche im Lichtbogenfußpunkt vorherrscht, die Targetoberfläche verdampft und zu einer sehr guten Schichthaftung führt. Die Mechanismen der Schichthaftung werden im Abschnitt 3.6.4 weiter behandelt. Die hohe Energiedichte bringt jedoch auch den großen Nachteil dieses Beschichtungsverfahrens mit, so kommt es dazu, dass tropfenförmige Atomcluster aus dem Target herausgelöst werden und sich inhomogen in die Schicht auf dem Werkstück einbetten. Diese Fehlstellen werden Droplets genannt und werden unter Abbildung 3-16 näher erläutert. Für das arc-PVD Verfahren wurden über die Zeit Modifikationen und Erweiterungen entwickelt, um die Verfahrensparameter zielgerichtet einstellen und somit die Schichtausbildung genau beeinflussen zu können, [32].

Als dominante Beschichtungsparameter im Lichtbogenverdampfen werden der Reaktivgasdruck, das Substratpotential und der Verdampferstrom angesehen. Der Reaktivgasdruck steuert die stöchiometrische Zusammensetzung der entstehenden Schicht. Das am Substrat anliegende Potential (Substratpotential oder Biasspannung) ist meistens proportional zur Substrattemperatur geregelt. Das Substratpotential beeinflusst die Stärke des elektrischen Felds zwischen Target und Substrat, die betragliche und vektorielle Geschwindigkeit der auf dem Werkstück auftreffenden Targetatome, dadurch entstehende Diffusion und den Schichtaufbau. Korrelierend zu einem hohen Substratpotential und steigender Substrattemperatur nehmen Diffusionsprozesse zu, welche zu einer Versprödung, gerade bei Multilayerschichten, führen können. Multilayerschichten werden im Abschnitt 3.6.6 näher betrachtet. Mit steigender Substrattemperatur kann es gerade bei thermisch vorbehandelten Bauteilen zu einer ungewollten Änderung der mechanischen Eigenschaften kommen, was die Höhe der Biasspannung ebenfalls begrenzt. Als Verdampferstrom wird die beim Lichtbogenüberschlag anliegende Stromstärke bezeichnet, [33].

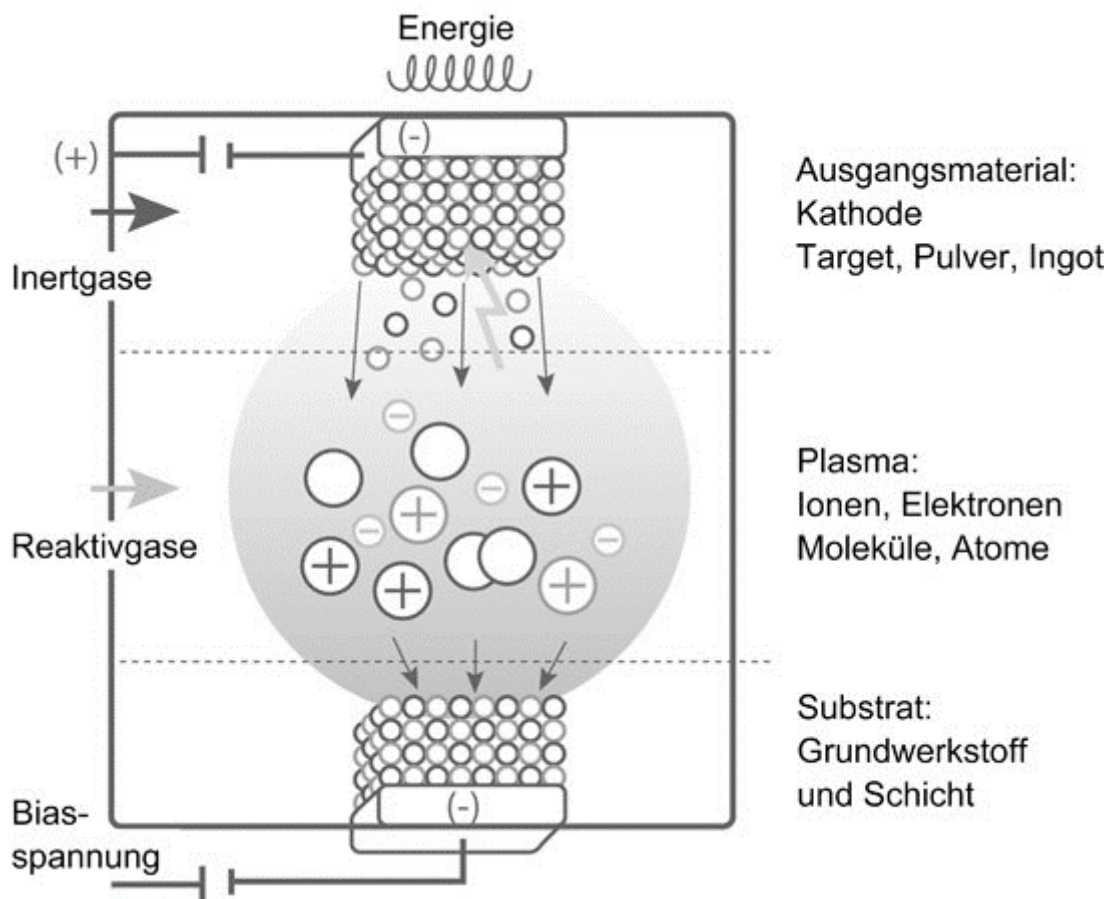


**Abbildung 3-12:** Prinzip Bild des arc-PVD-Verfahrens [34]

In Abbildung 3-12 wird der Aufbau einer arc-PVD Anlage skizziert. Der zwischen dem Kathodenschild (6) und der Kathode (3) brennende Lichtbogen (7) verdampft das Schichtmaterial welches sich auf dem Substrat (9) abscheidet, [34].

### 3.6.2.2 Sputtern (sputter deposition)

Das Sputtern beschreibt die physikalische (nicht thermische) Verdampfung von Atomen einer Oberfläche (Target) durch Impulsübertragung. Die Impulsübertragung findet zwischen der Oberfläche und energiereichen Teilchen atomarer Größe statt. In dem Festkörper kommt es zwischen den Atomen zu weiteren Kollisionen infolge einer Stoßkaskade. Ist ein Targetatom nahe genug an der Oberfläche, wenn es einen Impuls, der von dem Festkörperinneren fortzieht erhält, wird das Teilchen aus dem Festkörper geschleudert. Die auf das Target aufprallenden energiereichen Teilchen sind ionisierte Gase, welche durch ein elektrisches Feld beschleunigt werden, [29].



**Abbildung 3-13:** Schematische Darstellung des (Magnetron) PVD-Sputterprozesses [32]

In Abbildung 3-13 ist der Sputterprozess skizziert. Hinter dem Target befindet sich eine Spule, welche ein Magnetfeld, wie später bei dem Magnetronsputtern beschrieben, aufbaut. Das Substrat ist negativ geladen, damit sich über Feldemissionen Elektronen lösen, welche das Inertgas ionisieren. Die negative Biasspannung am Werkstück verbessert die Anbindung des ionisierten Quellmaterials. Der Ionisierungsgrad bei Sputternprozessen ist zwar geringer als beim Lichtbogenverdampfen (über 90%), jedoch kann die Schichthaftung signifikant durch das Anlegen der Biasspannung verbessert werden. Nahe dem Target befindet sich das Inertgas,

welches die Atomcluster aus dem Target löst, weiter dahinter wird das Reaktivgas eingeleitet, [29].

Im Folgenden werden hier verschiedene Varianten vorgestellt:

#### DC Sputtern

Zwischen Target und Substrat liegt Gleichspannung an, wodurch eine Potentialdifferenz von mehreren hundert Volt entsteht. Dabei wird das Target negativ und das Substrat positiv geladen. Der folgende Prozess ist ähnlich der Vorgänge im Lichtbogen, durch Feldemissionen werden Elektronen aus dem Target in Richtung des Substrates gelöst. Zwischen Target und Substrat wird ein Prozessgas eingeleitet, durch Stoßionisation entstehen positiv geladene Ionen. Diese werden in Richtung des negativ geladenen Targets gezogen, treffen dort auf und lösen Atome aus der Targetoberfläche. Die herausgelösten Atome scheiden sich auf dem Substrat ab und eine Schicht bildet sich aus.

#### HF-Sputtern

Beim Hochfrequenzsputtern (kurz HF-Sputtern) liegt anstelle der Gleichspannung ein hochfrequenter Wechselstrom an. Durch das Wechselfeld werden die Ionen und Elektronen abwechselnd in beide Richtungen beschleunigt. Ab ungefähr 50 kHz ist die Trägheit der Ionen zu groß, als dass diese dem Wechsel noch folgen können. Eine überlagerte negative Offsetspannung lässt die Ionen auf das Target treffen. Die Elektronen oszillieren jedoch weiterhin im Bereich des Prozessgases und der Ionisationsgrad steigt an. Es lässt sich ein niedriger Prozessdruck bei gleichbleibender Sputterleistung realisieren.

#### Magnetronsputtern (MS)

Eine weitere Modifikation ist das Magnetronsputtern (MS). Dabei wird hinter dem Target ein Magnet angebracht. Das magnetische Feld wirkt im Bereich des Inertgases und lässt die Elektronen dort auf einer Spiralbahn rotieren. Dadurch wird die Verweilzeit der Elektronen im Bereich des Prozessgases erhöht. Es tritt derselbe Effekt wie beim Hochfrequenzsputtern ein, die Anzahl der Ionen erhöht sich, die Auftragsrate steigt und der benötigte Prozessdruck sinkt. Infolge des statischen Magnetfeldes werden die Targets nicht mehr homogen abgetragen, es bilden sich entsprechend des Magnetfeldes lokal Abtragsgräben aus, [35].

#### Reaktives Sputtern

Bei den bisher vorgestellten Verfahren wurden inerte Prozessgase verwendet, um eine Reaktion mit dem Targetmaterial zu vermeiden. Beim reaktiven Sputtern wird ein aktives Gas verwendet, das mit dem abgesputterten Material eine Verbindung eingehen soll. So können Oxide, Nitride und Oxidnitride hergestellt werden, ohne dass diese bereits im Target vorliegen müssen. Die entsprechenden Reaktionsprodukte auf Chrom und Titanbasis werden in den Kapitel 3.6.4 und 3.6.6.2 behandelt. Da jedoch auf Elemente der Aktivgase mit dem Target kollidieren, führt dies zu Verunreinigungen, welche nachfolgende Beschichtungen beeinflussen können.

### 3.6.3 Schichtwachstums von PVD Beschichtungen

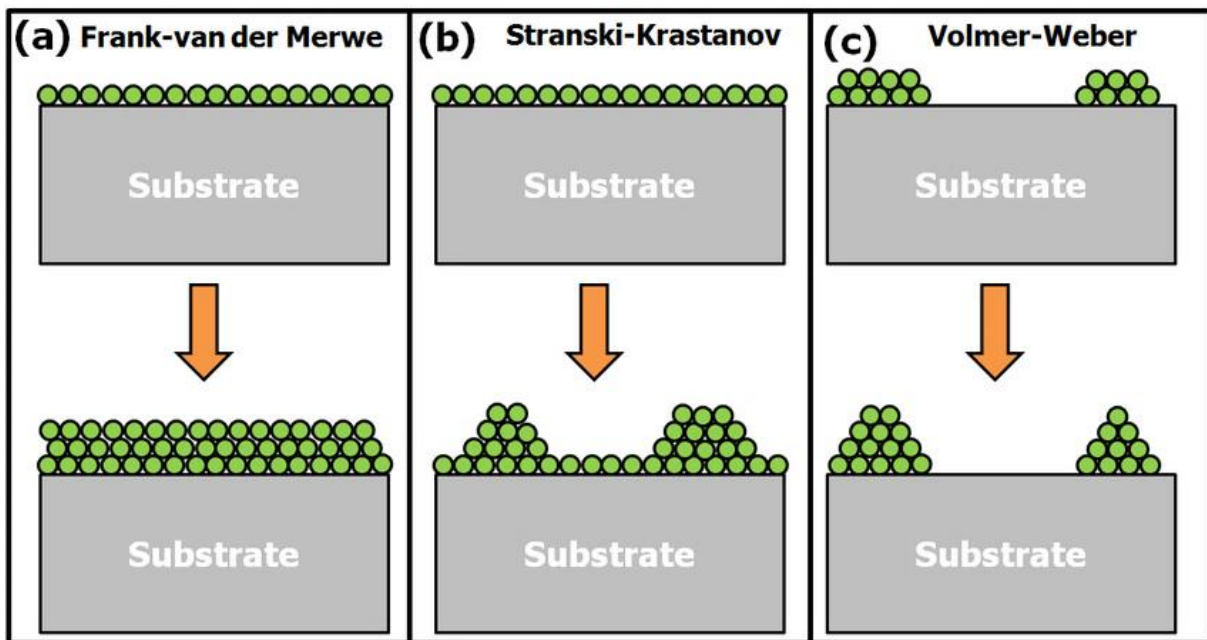
Das Schichtwachstum von PVD-Beschichtungen wird in verschiedene Stufen eingeteilt [29]:

- Kondensation von Adatomen auf der Oberfläche des Substrates
- Keimwachstum (Nukleation) an angelagerten (kondensierten) Adatomen
- Bildung einer geschlossenen Schicht ausgehend von den Schichtkeimen auf der Oberfläche
- Schichtwachstum über gesamte Oberfläche des Substrates

Als Adatome werden in der Oberflächenphysik Atome bezeichnet, die an eine Festkörperoberfläche gebunden sind, [36]. Trifft ein Atom im Vakuum auf eine Oberfläche, kann es sofort reflektiert werden, anlagern und nach kurzer Dauer verdampfen oder kondensieren (dauerhaft anlagern) an der Oberfläche. Das Verhalten ist von der kinetischen Energie des Atoms abhängig. Ein zu hohes Energieniveau führt zu Reflektion, daher lagert sich das Atom nicht am Substrat an. Lagert sich das Atom an, kann eine zu hohe Temperatur des Substrates zu einem Überwinden der Bindungen zwischen Adatom und Substrat führen, das angelagerte Atom verdampft. Die Bindung zwischen Adatom und Substrat muss so stark sein, dass das Auftreffen von weiteren Targetatomen nicht die Bindung zwischen Substrat und Adatom überlastet und es zu einer Kondensation eines Atomclusters kommt.

Die Adatome wandern auf der Oberfläche. Diese Oberflächenmobilität ist von der Energie des Atoms, der Bindungsenergie und der Temperatur der Oberfläche abhängig. Die sich ausbildende Kristallstruktur und die entsprechende Atomebene zeigen ebenfalls einen Einfluss auf die Oberflächenmobilität. So ist die Bindungsenergie eines Atoms auf der (111) Ebene geringer als in der (100) Ebene, da das Atom in der Ebene (111) weniger Nachbarn hat, mit denen es Bindungen eingehen kann, [37]. Dadurch kommt es, dass die Ebenen einer Kristallstruktur auch unterschiedlich schnell wachsen. Ein kondensiertes Adatom wandert (diffundiert) solange über die Oberfläche, bis es eine energetisch günstige Position (hohe freie Energie) gefunden hat, an der es verbleiben kann. Dort lagert es sich an. Dies können Oberflächendefekte, wie im Bereich der technischen Oberflächen (Abschnitt 3.4) beschrieben oder Änderungen in der chemischen Zusammensetzung des Substrates sein. Andere Adatome lagern sich ebenfalls dort an, es kommt zu einem Keimwachstum, [29].

Das Keimwachstum schreitet voran, in dem sich an dem Keim weitere Atome anlagern. Dabei unterscheidet man das Keimwachstum in drei Unterarten, welche in Abbildung 3-14 vorgestellt werden. In Teil a) ist das homogene Frank-van der Merwe Wachstum dargestellt. Die Schicht wächst dabei sehr gleichmäßig, [38]. Bei Wachstum b), dem Stranski-Krastanov bildet sich erst eine homogene Schicht aus, welche dann heterogen weiter wächst, was zu der Ausbildung von lokalen Inseln führt, [39]. In Abbildung 3-14 c) ist das Volmer-Weber Wachstum dargestellt, bei dem sich heterogen kleine Inseln bilden. Diese sind anders, als bei dem Stranski-Krastanov Wachstum nicht zu Beginn mit einer dünnen Deckschicht verbunden. Dies führt zu einer sehr großen Oberfläche, was zum Beispiel bei Katalysatoren erwünscht ist, [40].



**Abbildung 3-14:** Die drei Arten der Keimwachstums von PVD-Beschichtungen [41]

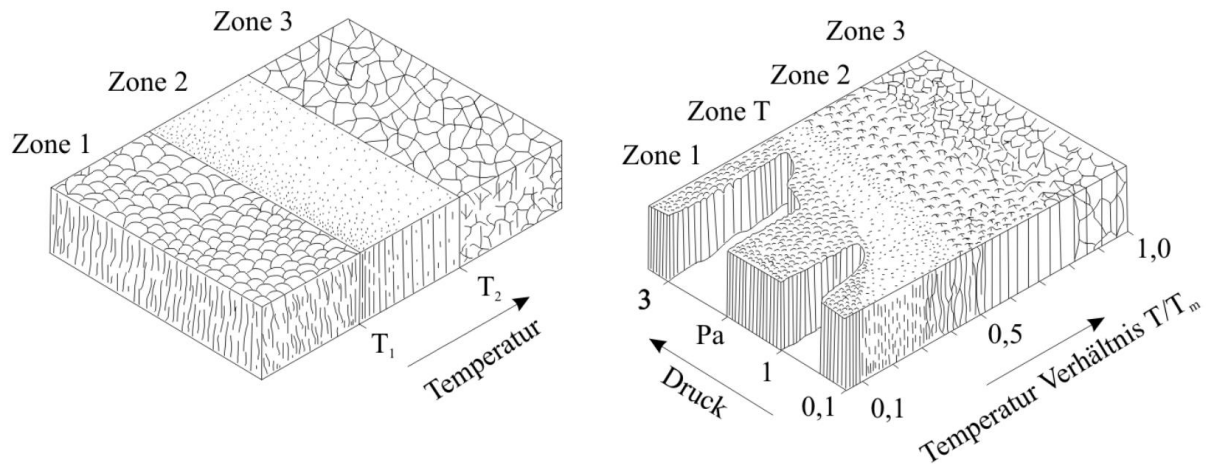
Die Einflüsse auf das auf der vorherigen Seite vorgestellte Schichtwachstum werden kurz zusammengefasst:

- Oberflächenbeschaffenheit des Substrates, wichtige Kenngrößen sind dabei die Rauigkeit, chemische Zusammensetzung, [42]
- Oberflächentemperatur des Substrates
- Beweglichkeit der Adatome auf der Oberfläche
- Durch komplexe Geometrien verdeckte Flächen
- Reaktionen und Massetransport während dem Beschichten, wie z.B. bei Nutzung von Reaktivgas

Die mittels PVD Beschichtung hergestellten Schichten zeigen im Allgemeinen eine säulenförmige Morphologie, welche sich sowohl bei kristallinen als auch amorphen Materialien ausbildet. Dies ist meist auf geometrische Effekte auf der Substratoberfläche zurück zu führen, die ein homogenes Anlagern der Adatome, wie bereits beschrieben, verhindern.

Da dieses Stängelwachstum bei sehr vielen Beschichtungen beobachtet wird, wurde für diese Fälle verschiedene Schichtzonenmodelle entwickelt, die den Einfluss verschiedener Parameter beschreiben. Die Schichtzonenmodelle gelten nicht für die ersten Nanometer der Beschichtung auf dem Substrat, da in diesem Bereich der Einfluss des Substrates noch zu groß ist. Das Modell nach Movchan und Demchishin beschreibt den Einfluss der Temperatur bei in Vakuum abgeschiedenen Beschichtungen. In Abbildung 3-15 ist zu sehen, dass bei niedrigen Temperaturen in Zone 1 wenige große Stängel wachsen. Es bildet sich eine raue Oberfläche aus. Bei niedrigen Temperaturen können die Adatome nur wenig über die Oberfläche wandern und sich zwischen den Stängeln platzieren bzw. Wachstumsdefekte können nur in geringen Ausmaßen aus dem metastabilen Zustand gelöst werden. Die Stängel schotten sich gegenseitig ab, was zu geometrischen Störstellen und einem inhomogenen Schichtwachstum

führt. Diese Beschichtungen zeigen hohe Eigenspannungen, geringe Dichten und geringe Festigkeiten auf. Durch Zunahme der Temperatur erhöht sich weiter die Oberflächenmobilität der Adatome, diese können sich so anordnen, dass weniger freie Energie im System gespeichert wird. Dies wird in Zone 2 dargestellt. Die Dichte steigt und auch die Oberflächenrauigkeit nimmt weiter ab. In Zone drei findet zwischen den Stängeln Volumendiffusion statt, es kommt zur teilweisen Rekristallisation. Die Oberfläche ist glatt ausgebildet, es entsteht eine hohe Dichte und sehr gute mechanische Eigenschaften, [43].

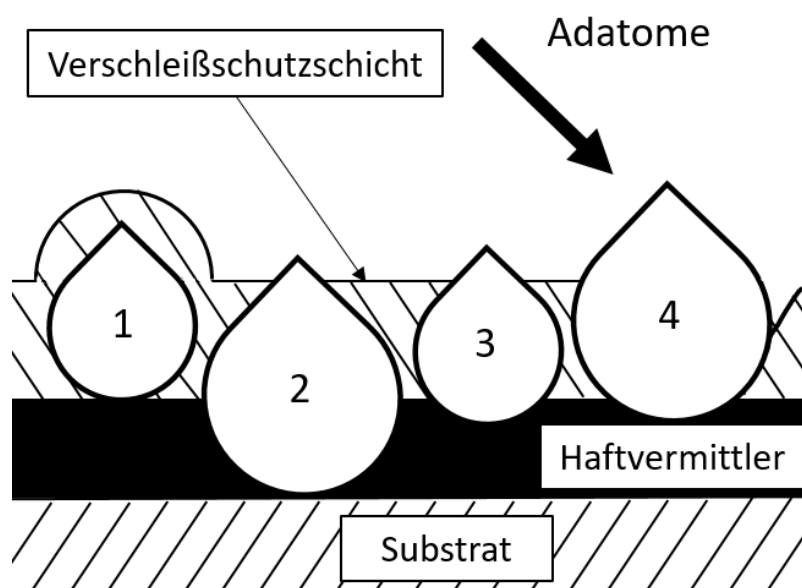


**Abbildung 3-15:** Schichtzonenmodell nach Movchan und Demchishin (links) und Thornton (rechts) [44]

Im rechten Teil von Abbildung 3-15 ist das für den Sputterprozess optimierte Modell der Schichtzonen nach Thornton dargestellt. Dabei ist der Einfluss des Verhältnisses der Prozesstemperatur  $T$  durch die Schmelztemperatur der Beschichtung  $T_m$  und der Einfluss des Prozessgasdruckes eingetragen. In Zone eins ist genauso wie in dem bereits vorgestellten Modell nach Movchan und Demchishin die Adatomemobilität zu gering, wodurch die Stangen sehr heterogen wachsen. Ein höherer Prozessgasdruck verschiebt dieses Verhalten hin auch zu höheren Prozesstemperaturen, [29]. Die entstehende säulenförmige Morphologie wurde für die Ablagerung von Kugeln im Computer modelliert, [45]. In Zone eins wachsen die Stängel in Richtung der Adatomquelle. Ist das Substrat in einem Winkel zu der Quelle platziert, richten sich die Stängel entsprechend aus. Die Zone T wurde zusätzlich in das Modell implementiert, welches die Übergangszone zwischen Zone 1 und Zone 2 darstellt. Die Oberflächenrauigkeit ist sehr gering, gerade bei geringen Prozessdrücken ist diese Zone ausgeprägt. Der Bereich zwischen den Stängeln wird mit neutralen Atomen aufgefüllt, welche von dem Target reflektiert wieder auf das Werkstück geworfen werden. Diese erreichen nur bei wenigen sich im Weg befindlichen Gasteilchen das Target (siehe freie Weglänge). In Zone 2 wird der Wachstumsprozess von der Adatom-Oberflächendiffusion dominiert, was die Verdichtung der interkolumnaren Grenzen ermöglicht. Die grundlegende säulenartige Morphologie bleibt erhalten. Die Korngröße nimmt zu und die Oberflächenmerkmale neigen zu kleinen Aufhäufungen. In Zone 3 ermöglicht die Festkörperdiffusion (Bulk-Diffusion) Rekristallisation,

Kornwachstum und Verdichtung. Häufig ist die stark modifizierte säulenförmige Morphologie erkennbar, wobei die Säulen Einkristalle des Materials sind.

Eine zu geringe Mobilität der Adatome kann zu einer Porosität der Beschichtung führen. Die Adatome kondensieren zumeist einzeln oder in kleinen Clustern an der Oberfläche, abhängig davon, wie diese aus dem Target gelöst und wie viele Kontakte diese auf dem Weg zum Substrat hatten. Es kann jedoch auch passieren, dass sich große Atomcluster bis zu einem Durchmesser von mehreren hundert  $\mu\text{m}$  sich lösen. Diese lagern sich inkohärent auf dem Substrat oder der bisher gewachsenen Schicht an. Der Bereich hinter diesen „Droplets“ genannten Tropfen wird verdeckt, wodurch sich noch größere Schichtinhomogenitäten ergeben. Die Droplets neigen diese zu einem Herausbrechen. Die Schicht wird löchrig und die Kerbwirkung erhöht.



**Abbildung 3-16:** Skizze von möglichen Dropletpositionen

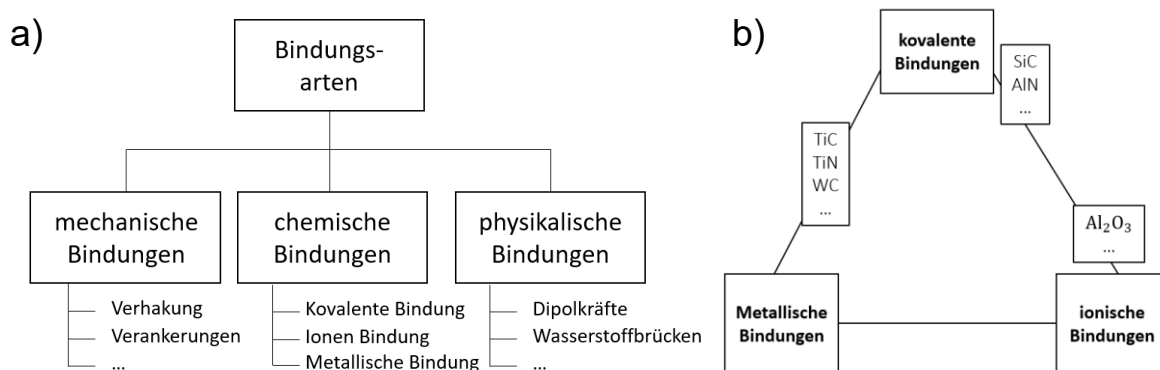
In Abbildung 3-16 sind beispielhaft mehrere mögliche Positionen von Droplets dargestellt. Die Droplets (Position Eins) können, nachdem diese sich angelagert haben, mit einer Schicht bedeckt werden. Beispiel zwei hat sich zu Beginn des Beschichtungsprozesses abgeschieden. Ein Herauslösen des Droplets hätte eine Negierung der Schutzwirkung durch die Beschichtung zur Folge, Korrosionsvorgänge wären möglich, [46]. Anders als Droplettyp 2, wurde Droplettyp 3 zu einem späteren Zeitpunkt des Prozesses abgeschieden. Bei einem Ausbrechen des Droplets wäre die der Haftvermittler nicht durchdrungen und eine mögliche Schutzwirkung des Haftmittlers würde weiterhin bestehen. Große Droplets, wie Beispiel vier, können zu einer durch geometrische Abschirmeffekte bedingte Schwächung der Schicht führen. Neben der Schädigung der Beschichtung durch Herauslösen der Droplets während des Betriebs, entsteht durch die Abschirmung auch eine heterogene Schichtausbildung.

Das in diesem Kapitel beschriebene arc-PVD Verfahren zeigt eine deutlich höhere Neigung zu Droplets, als das Sputtern, was auf die lokal deutlich höhere Energiedichte bei Lichtbogenüberschlag zurück zu führen ist, [47].

### 3.6.4 Wichtige Haftungsmechanismen und Bindungstypen für PVD-Beschichtungen

In diesem Abschnitt wird näher auf die „Bindungen“ zwischen Substrat und Beschichtung und in der Beschichtung selbst eingegangen. Die Bindungen haben einen Einfluss auf das Schichtwachstum und auch auf das adhäsive Verhalten zwischen Polymerschmelze und Beschichtung.

Differenziert wird, ob die Kräfte zwischen zwei Körpern oder innerhalb eines Körpers wirken. Wirken die Kräfte innerhalb, spricht man von Kohäsionskräften, wirken diese zwischen zwei Körpern, wird von Adhäsionskräften gesprochen. Die Adhäsion wurde im Abschnitt Adhäsionsverschleiß bereits kurz vorgestellt, wobei der Fokus auf den Auswirkungen der Verschleißform lag. Dabei kommt es zur Ausbildung von Haftverbindungen zwischen den Grenzflächen der Körper. Sind diese ausgebildeten Adhäsionskräfte größer, als die in dem Körper wirkenden Kohäsionskräfte, kommt es zu einem Materialverlust an dem kohäsiv unedleren Kontaktpartner, [48]. Die vorherrschenden Mechanismen während der Adhäsionsvorgängen sind in verschiedenen Theorien dargelegt, [49].



**Abbildung 3-17:** a) Strukturelle Bindungsartenübersicht b) Einordnung Keramiken nach Bindungsarten, [50]

Unterschieden werden die Bindungstypen in drei Hauptkategorien, die physikalischen, die chemischen und die mechanischen Bindungen. Diese sind in Abbildung 3-17 a) dargestellt. Mechanische Bindungen können durch Verhakungen und Verankerungen der Oberfläche entstehen. Wie bereits dargelegt, sind technische Oberflächen nicht glatt, die gesamte Fläche ist nicht in Kontakt mit einem Reibpartner. Die mechanische Bindung kann sowohl bei Polymeren durch Verhakungen der Makromolekülketten als auch bei Metallen durch Verhakungen der angesprochenen Oberflächenrauigkeiten auftreten. Als chemische Bindungen werden kovalente, ionische und metallische Bindungen bezeichnet. Metallische Bindungen bilden sich zwischen Metallatomen aus. Werden die Legierungen mit Nichtmetallen, beispielsweise Sauerstoff dotiert, kann sich der Bindungstypus zu kovalenten Bindungen hin ändern. Die Leitfähigkeit nimmt dadurch ab. Ionenbindungen treten bei sehr großen Elektronegativitätsdifferenzen auf, weshalb der Bindungstyp auch als heteroplare Bindung bezeichnet wird, [51]. Die physikalischen Bindungen sind schwächer als die chemischen Bindungen. Es sind zu nennen die Dipol-Dipol Bindungen, die Wasserstoffbrückenbindungen und die van-der-Waals-Bindungen, [52]. In Bereich b) von Abbildung 3-17 sind die chemischen Bindungen an den Ecken eines Dreieckes aufgetragen.



Entsprechend dem hauptsächlich vorherrschenden Bindungstypen sind einige keramische Verbindungen eingetragen. Titanitride, als auch Chromnitride zeichnen sich durch ihren hohen Anteil an metallischen Bindungen aus. Darauf wird in den Kapiteln der Schichtkonzepte (Abschnitt 3.6.6.1 und 3.6.6.2) näher eingegangen. Hervorzuheben ist Aluminiumoxid, welches auch als Schleifmittel Korund bekannt ist. Es besitzt infolge des hohen Anteils ionischer Bindungen eine Mohshärte von neun und ist einer der härtesten Werkstoffe. Die Bindungen werden in Tabelle 4 zusammengefasst.

**Tabelle 4:** Vergleich zwischen Ionenbindung, Atombindung, zwischenmolekularer Bindung und metallischer Bindung [53]

	<b>Ionenbindung</b>	<b>Atombindung</b>	<b>Zwischenmolekulare Bindungen</b>	<b>Metallische Bindungen</b>
<b>Teilchen, zwischen denen die Bindungen wirken</b>	Ionen	Atome	Moleküle	Atome
<b>Bindungskräfte</b>	Elektro-statische Kräfte zwischen Ionen	Kovalente Bindungen durch gemeinsame Elektronenpaare	Van der Waals-Kräfte, (Dipol-Dipol-Anziehung)	Bindung zwischen Atomrümpfen und delokalisierten Elektronen
<b>Entstehende Struktur</b>	Ionenkristalle, meist große KZ	Moleküle mit „abgesättigten“ Valenzelektronen, Atomkristalle, kleine KZ	Molekülkristalle, komplizierte Strukturen, niedrigsymmetrisch	Metallkristalle, wenige Strukturen, sehr große KZ
<b>Eigenschaften kristalliner Feststoffe</b>	Hoher Schmelzpunkt, hart, Ionenleitung in der Schmelze und Lösung	Hoher Schmelzpunkt, hart, Isolator oder Halbleiter	Niedriger Schmelzpunkt, weich, Isolator	Unterschiedliche Schmelzpunkte, duktil, Elektronenleiter
<b>Bindungsenergie</b>	Sehr stark	Stark	Schwach	Wechselnd

Die Abkürzung KZ steht für Koordinationszahl und ist entscheidend für die Struktur einer Metall-Nichtmetallverbindung, [54].

### 3.6.5 Vorbehandlung des Substrates

Wie in den vorherigen Kapiteln dargestellt, lassen sich die Schichthaftung und das Schichtwachstum durch eine Vielzahl von Prozessgrößen steuern. In diesem Kapitel werden die Einflussmöglichkeiten durch Behandlung des Substrates vorgestellt, da die Beschichtung und das Substrat als ein Systemverbund betrachtet werden muss. Bei falscher Einstellung des Substrates schützt eine perfekte Beschichtung nicht, da das System aus Beschichtung und Substrat sehr früh versagt, [55]. Es können die technologische Oberfläche, die mechanischen Eigenschaften und die chemische Zusammensetzung des Substrates variiert werden. Manche Behandlungsprozesse können mehrere der drei genannten Aspekte beeinflussen. Als Verfahren sind hier zu nennen:

- Oberflächenhärten durch Nitrieren oder Borieren der Oberfläche
- Kugelstrahlen, Rollieren etc.
- Randschichthärten
- Strukturieren der Oberfläche

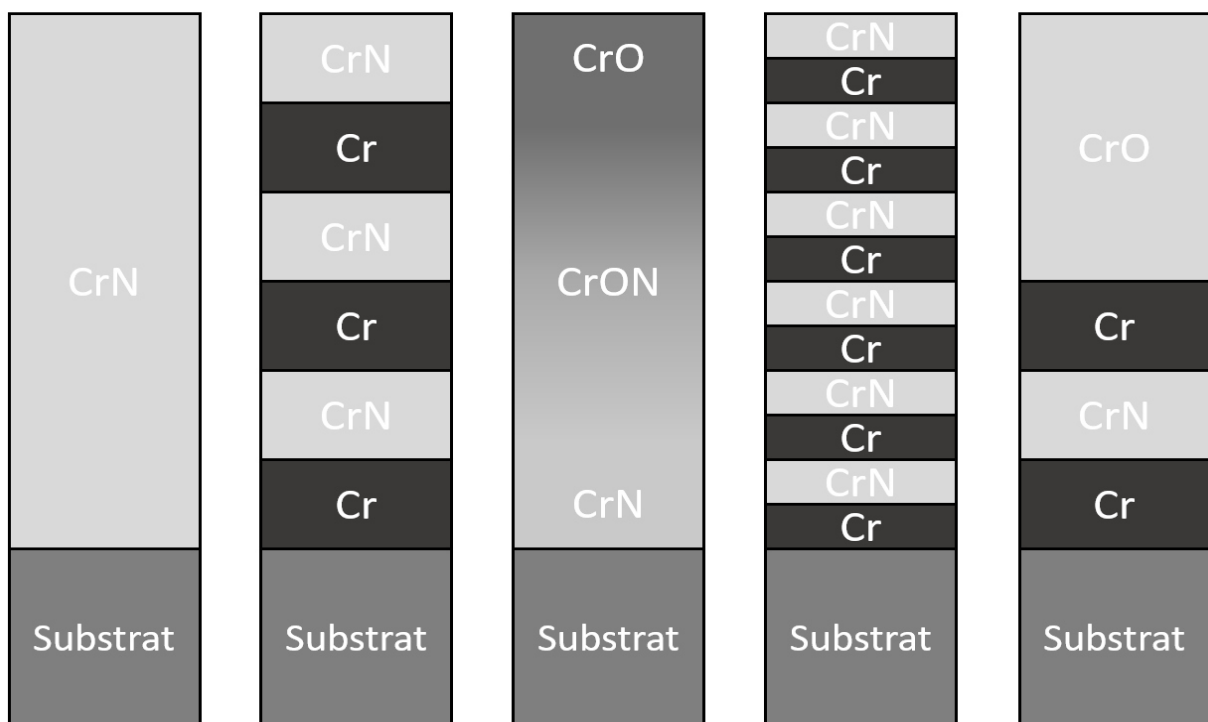
Eine Kombination der Verfahren ist möglich. Das Nitrieren und Borieren verändert die mechanischen Eigenschaften der Oberfläche und die chemische Zusammensetzung. Die durch Diffusion erzielte Eindringtiefe der Elemente ist dabei von der Dauer, der Temperatur und dem Druck des Prozesses abhängig. Die Oberflächenrauigkeit ändert sich während des Prozesses infolge von Gitterneustrukturierungen, weshalb eine Nachbehandlung nötig ist. Gerade im Bereich des Gasnitrierens bildet sich eine hochspröde keramische Schicht aus, welche vor der Beschichtung mittels PVD entfernt werden muss. Die Gasnitriertiefe liegt zwischen 100 µm und 700 µm bei Prozesstemperaturen zwischen 470°C - 590°C. Die Plasmanitriertiefe liegt zwischen 30 µm und 800 µm bei Prozesstemperaturen zwischen 350 °C - 600°C, [56]. Die Steigerung der Lebensdauer von Beschichtungen durch Nitrieren ist belegt worden, [57]. Das Borieren findet bei deutlich höheren Temperaturen von 800°C bis zu 1050°C statt. Die ausgebildete Schicht beträgt zwischen 50 µm und 300 µm, [56]. Das Kugelstrahlen verformt plastisch die Oberfläche, wodurch es zu einer lokalen Konzentrationserhöhung der Versetzungen vor den Korngrenzen und einem Umklappen metastabiler Gefügebestandteile kommt. Es erhöht sich die Oberflächenhärte und auch die Rauigkeit, weshalb eine Nachbehandlung nötig ist, [58]. Beim Rollieren wird die Oberflächenverformung durch eine Kugel initiiert, welche unter hoher Last über die Oberfläche rollt. Die Oberfläche ist glatt, weshalb eine Nachbehandlung meist nicht notwendig ist. Beim Randschichthärten wird das Bauteil nicht durchgehärtet, der duktile Kern soll erhalten bleiben. Findet der Prozess zur Kostenreduzierung nicht unter Schutzgas statt, kann sich auch hier eine Randschicht ausbilden, welche vor dem Beschichten entfernt werden muss. Alle Behandlungen eint dabei, dass der Härtesprung von Beschichtung zu Substrat abgemindert werden soll. Dies Aufhärtung findet dadurch statt, dass eine Druckeigenspannung, sei es durch Verformung oder chemische Änderungen eingebracht, den Widerstand gegen Eindringen von Fremdkörpern erhöht. Dadurch soll der Eierschaleneffekt, das Eindringen der harten Beschichtung in das weiche Substrat verringert werden. Der positive Einfluss von Druckeigenspannungen auf die Lebensdauer von Beschichtungen wurde bereits dokumentiert, [59]. Anders ist das Strukturieren der Oberfläche, beispielsweise durch eine Laserbehandlung, wo nicht die

Änderung der mechanischen Eigenschaften im Vordergrund steht, sondern die Einstellung der Oberflächentopographie, [60]. Dadurch können Wachstumsfehler minimiert, eine homogene Lastverteilung auf der Oberfläche und Wachstumsfehler minimiert werden.

Eine Nachbehandlung des Substrates wurde bereits aus zwei Gründen nahegelegt. Zum einen die Ausbildung einer spröden Grenzschicht auf der Oberfläche, als auch einer erhöhten Oberflächenrauigkeit. Die Kombination von hoher Oberflächenrauigkeit und hochharten Beschichtungen führt zu einem erhöhten Gegenkörperverschleiß, [61, 62].

### 3.6.6 Mehrlagenaufbau und Schichtsysteme

Eine PVD-Beschichtung muss nicht aus einer einzelnen Schicht bestehen. Es können in der Schicht andersartige Schichten eingelagert werden. Diese Interlayer erlauben die Schichteigenschaften optimal an den Verwendungszweck anzupassen.



**Abbildung 3-18:** Ausgewählte PVD-Schichtsysteme schematisch dargestellt (von links nach rechts) Monolayer; Multilayer; Gradierte Schicht; Nanolayer; Kombination verschiedener Layer [63]

In der Abbildung 3-18 sind ausgewählte Schichtsysteme dargestellt und werden am Beispiel von chrombasierenden Schichten erklärt. So kann entweder die Beschichtung nur aus einer Schicht bestehen, wie ganz links dargestellt oder Zwischenschichten beinhalten, wie rechts daneben dargestellt. Ist der Übergang fließend, daher nicht klar definiert, wird von gradierten Schichten gesprochen. Eine Modifikation des Multilayers sind Nanolayer, dabei werden Schichtdicken von nur wenigen hundert Nanometern verwendet. Es werden teilweise bis zu mehrere hundert Schichten kombiniert, [64]. Verschiedene Kombinationen der einzelnen der hier genannten Schichtsysteme sind möglich, [63].

Die Kombination der einzelnen Charakteristika der Schichten führt zu einer Reihe von Vorteilen, [65]:

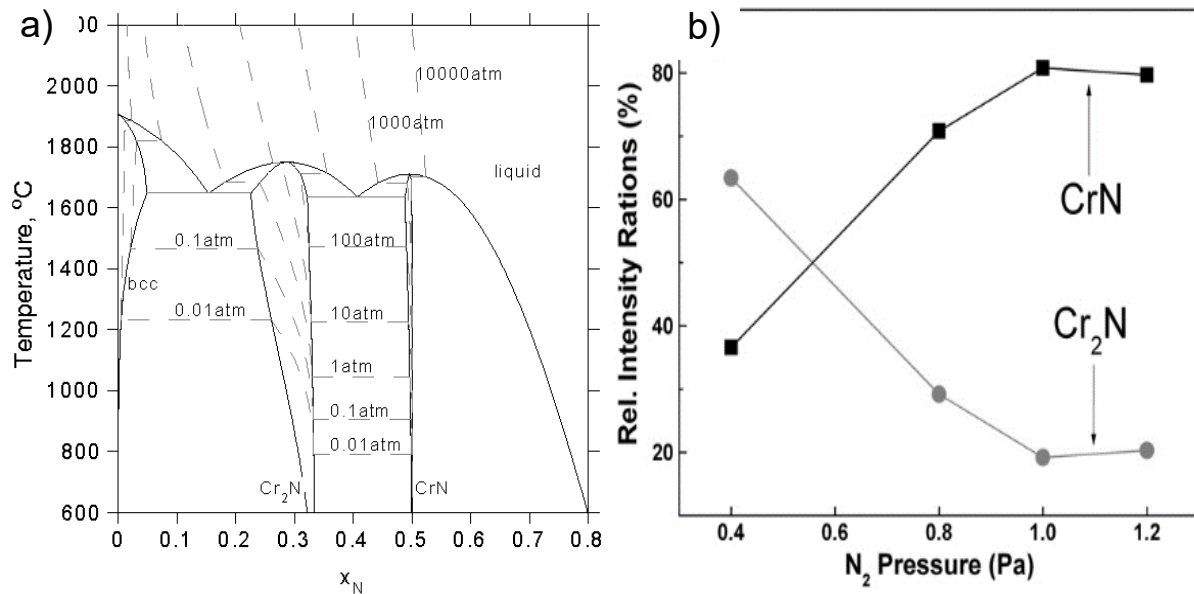
- Reduzierung von Eigenspannungen [66]
- Reduzierung der Rissanfälligkeit [67]
- Erhöhung der Duktilität
- Senken von Wachstumsfehlern [68]
- Kombination von Diffusionsbarrieren und Verschleißschuttschichten
- Verbesserung der Haftungsmechanismen
- Gezielte Einstellung optischer Eigenschaften

Die Ausprägung der Eigenspannungen im Schichtverbund stehen in direktem Zusammenhang mit der Rissanfälligkeit, der Duktilität und der Schichthaftung. Die Mehrlagigkeit führt zu einer signifikanten Reduzierung der Eigenspannungen, was sowohl experimentell als auch mittels Finite Elemente Methode nachgewiesen wurde, [69]. Durch die Senkung der intrinsischen Spannungen können dickere Beschichtungen mittels PVD-Verfahren appliziert werden, wodurch eine Verschleißreserve vorhanden ist. Diese kann nicht mit der Verschleißreserve mehrerer Millimeter dicken Aufschweißschichten verglichen werden, jedoch können so Schichten von 60  $\mu\text{m}$  oder mehr erfolgreich appliziert werden, [70]. Die Idee der Multilayerkombination geht soweit, dass Versuche unternommen wurden, Chromnitrid und Titanitridschichten zu kombinieren. In dem Projekt konnten die mechanischen Eigenschaften durch die Kombination der beiden Systeme verbessert werden, [71]. Nicht nur die chemische Zusammensetzung, sondern auch die Dicke der Zwischenschichten beeinflusst die Schichteigenschaften, [72].

### 3.6.6.1 Schichtsysteme auf Chrombasis

Chrom ist ein Metall mit einer Dichte bei Raumtemperatur von  $7,14 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3}$ , einem kubisch raumzentrierten Gitter und einem Schmelzpunkt von  $1907^\circ\text{C}$ , [73]. Mit Stickstoff kombiniert, konnten durch Variation der Biasspannung und des Reaktivgasstromes verschiedene Kristallstrukturen des Chromnitrid ( $\text{CrN}$ ) erzeugt werden. Die Verschleißschuttschichten sind nicht monokristallin, sondern wachsen, entsprechend den vorangegangenen Abschnitten, in mehreren Kristallen, weshalb verschiedene Kristallstrukturen gemessen werden können. Zur Charakterisierung werden die dominanten Kristallstrukturen als Oberbegriffe angegeben. Im Folgenden werden die beiden häufigsten Varianten, die (111)  $\text{CrN}_2$  und (200)  $\text{CrN}$  dominanten Varianten weiter behandelt. Die (111)  $\text{CrN}_2$  bildet ein hexagonales Gitter aus, die (200)  $\text{CrN}$  dominanten Varianten bilden ein kubisch flächenzentriertes Raumgitter aus, [74, 75]. In Abbildung 3-19 a) ist das Zweistoffsystem der Elemente Chrom und Stickstoff aufgetragen. Bis zu einem Anteil von 30% Stickstoff bildet sich  $\text{CrN}_2$ , bei einem Anteil von 50% bis 80% Stickstoff entsteht eine  $\text{CrN}$  Struktur, [76, 77]. Die Stickstoffatome lagern sich dabei interstitiell in der kubisch flächenzentrierten Chrommatrix ein, was den metallischen Charakter der Beschichtung behält, [78]. Angaben für die Härte und das E-Modul zeigen deutliche Schwankungen auf, da diese von den Beschichtungsparametern stark beeinflusst werden und trotz gleicher Kristallstruktur und chemischer Zusammensetzung abweichen können. In einer Untersuchung wurden 15 verschiedene  $\text{CrN}$  Beschichtungen bei unterschiedlichen

Prozessparametern hergestellt, was zu gemessenen Härtewerten von 12.3 GPa für die weichste bis 28.6 GPa für die härteste Beschichtung führte, [79].

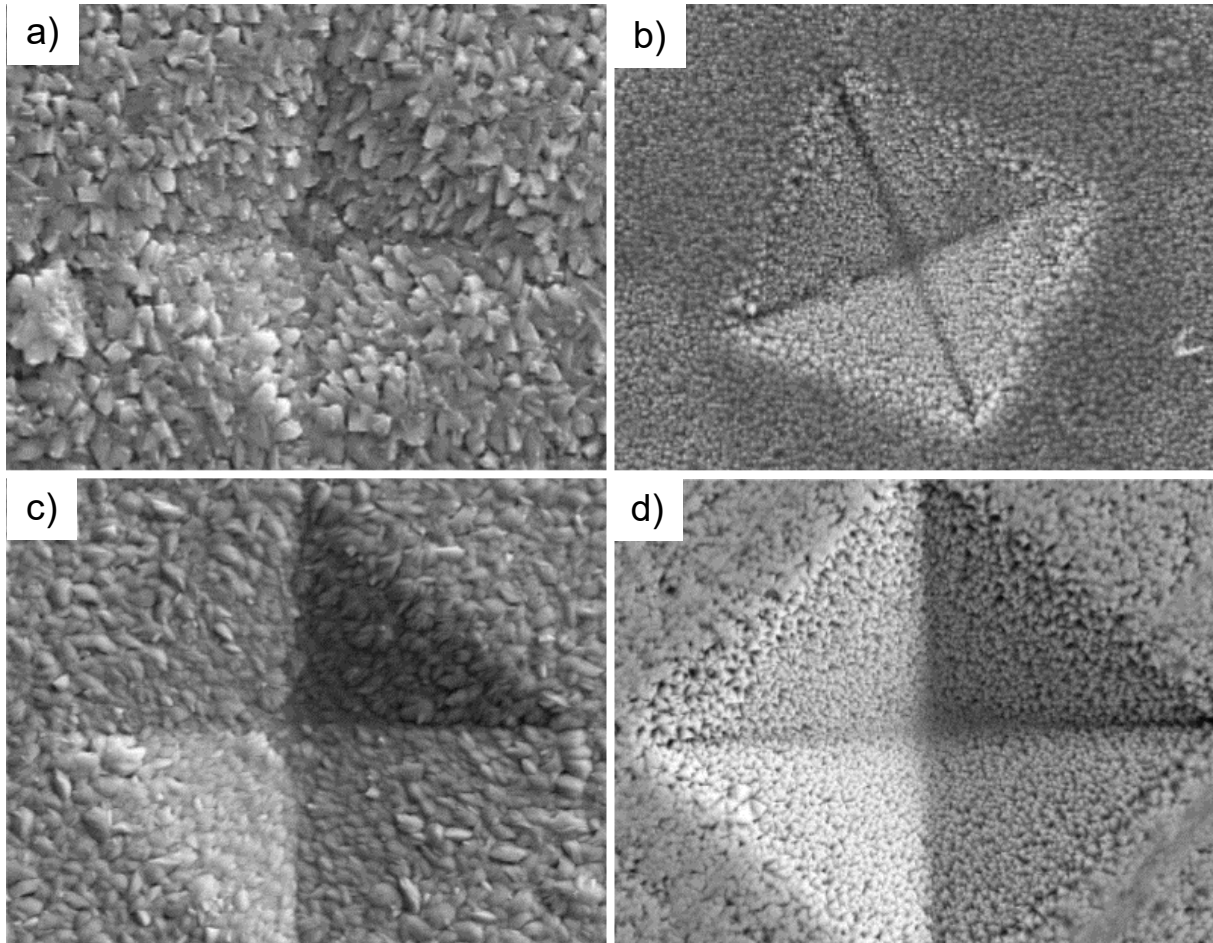


**Abbildung 3-19:** a) Zweistoffsystem Cr-N [76] b) arc-PVD Verfahren Anteil der Kristallstruktur an der ausgebildeten Beschichtung in Abhängigkeit des Stickstoffdruckes [74]

Die Ausbildung der Kristallstruktur wurde in Abhängigkeit des Stickstoffflusses im arc-PVD Verfahren bei konstanter Biasspannung (Das am Substrat anliegende Potential vgl. 3.6.2.1) von -150V untersucht. Es wurde festgestellt, dass sich mit steigendem Reaktivgasdruck die kubisch flächenzentrierte (200) Struktur vermehrt ausbildet, bis zu einem Anteil von über 80%. Die hexagonale (111) Struktur profitiert stark von einem geringeren Gasdruck, die Ergebnisse sind in Abbildung 3-19 b) dargestellt, [74].

Für Sputterprozesse wurde die Kristallausbildung in einer weiteren Untersuchung beleuchtet. Die dominante Struktur ist entscheidend für die mechanischen und auch optischen Eigenschaften, so zeichnet sich eine dominante (111) Struktur durch eine dunkle Schicht aus, während eine dominante (200) Schicht sich durch eine gräuliche Färbung auszeichnet. Eine höhere Biasspannung unter Nutzung des DCMS-Prozesses führte zu einer (200)-Kristallgitterorientierung. Eine niedrige Biasspannung führte zu einer Mischung aus (200) und (111) Kristallen. Durch Nutzung des gepulsten Plasmas (HPPMS) konnte eine reine (111) Kristallgitterorientierung erreicht werden. Die Schichten unterscheiden sich in der Bedeckungsfähigkeit. Dies ist in Abbildung 3-20 zu sehen. In Bild a) ist der Vickerseindruck nur noch gering ausgeprägt, die Schicht kann die lokale Oberflächenimperfection überdecken. Anders ist es in Bild d), unter der vorherrschenden (111) Struktur ist der Vickerseindruck deutlich zu erkennen. Bei ursprünglicher Veröffentlichung der Abbildung 3-20 ist keine Skala eingetragen, [80]. Der Einfluss der Bias-Spannung wurde im HPPMS Prozess auf das E-Modul und die Schichthärte gemessen. Eine Biasspannung von 0V führte zu den niedrigsten Werten. Durch eine Steigerung während des Prozesses von -50V auf -100V konnte die Härte um den Faktor 3 und das E-Modul um den Faktor 1,5 gesteigert werden. Jedoch wurde auch belegt, dass mit steigender Biasspannung die Streuungen der Messergebnisse zunahm. Diese Effekte sind auf das sich ändernde Kristallgitter und mit höher Biasspannung steigende Dichte zurück

zu führen, [81]. Durch einen Multilayeraufbau, wie in Kapitel 3.6.6 beschrieben, mit 60 sich abwechselnden Lagen aus Cr/CrN konnte die abrasive Verschleißrate um 40% gesenkt werden und im Stift-Scheibe Test die Länge des Verschleißweges bis Schichtversagen um den Faktor 10 im Vergleich zu einer Monolagenbeschichtung aus CrN verlängert werden, [82].



**Abbildung 3-20:** REM Aufnahmen, Oberflächenstrukturierung durch Vickerseindruck, Beschichtung CrN mit a) DCMS bei hoher Biasspannung, (200) b) DCMS bei niedriger Biasspannung, (200)/(111) c) HPPMS bei hoher Biasspannung, (200) d) HPPMS bei niedriger Biasspannung, (111) [80]

Neben Stickstoff wird bei der Schichterstellung von Chromschichten als Reaktivgas auch Sauerstoff eingesetzt. Dabei bilden sich wie bei Chromnitrid verschiedene Strukturen aus. In einer mittels Sputterns applizierten Schicht, wurde Chrom,  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ ,  $\text{CrO}_2$  und  $\text{Cr}(\text{OH}_3)$  detektiert. Eine Kontaktwinkelmessung ergab einen Kontaktwinkel für Wasser auf  $\text{CrO}_x$  von  $103^\circ$ , eine Referenzprobe aus 1.4301 Stahl zeigte einen Kontaktwinkel von  $53^\circ$ . Die gemessene Oberflächenenergie der Referenzprobe beträgt  $59 \text{ mN/m}$ , die der  $\text{CrO}_x$  Schicht beträgt  $34 \text{ mN/m}$ , [83]. Die sich ausbildenden Phasen zeigen eine hexagonal rhomboedrische ( $\text{Cr}_2\text{O}_3$ ) und eine tetragonale Rutil-Struktur ( $\text{CrO}_2$ ), [84]. Eine Dotierung einer gesputterten CrN Oberfläche mit Sauerstoff zeigte, dass sich der gemessene Widerstand der Beschichtung erhöhte. Es zeigte sich, dass in Verbindung mit Sauerstoff sich eine deutlich größere Zahl an ionischen und kovalenten Bindungen ausbildet, als bei einer Chrombeschichtung. Die

kovalenten Bindungen sind dazu stärker ausgeprägt, da die Elektronegativitätsdifferenz zwischen Chrom und Stickstoff geringer ist als zwischen Chrom und Sauerstoff, [85].

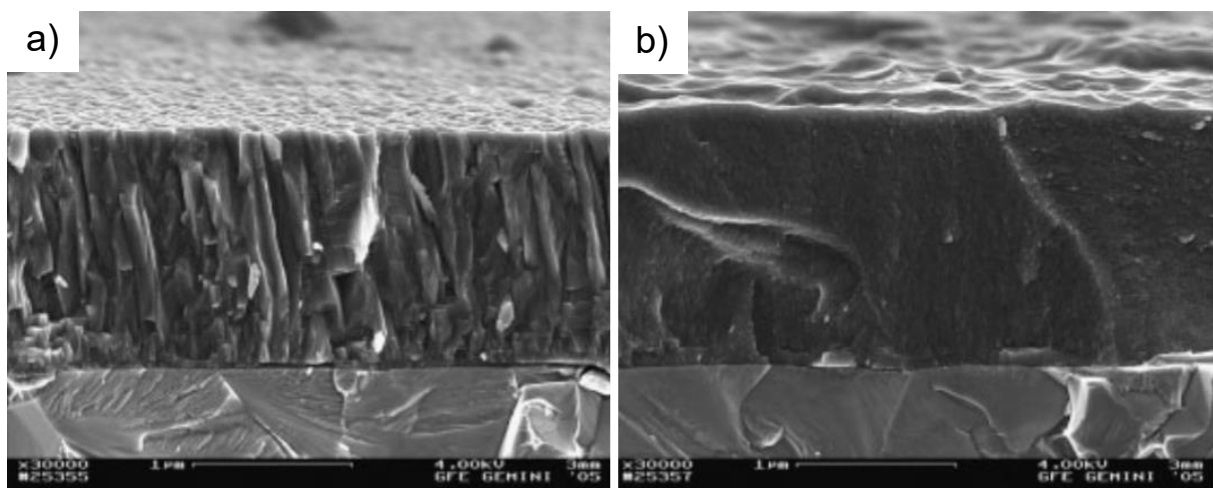
Das binäre CrN System wurde mit einer zusätzlichen Abscheidung von Aluminium zu einem ternären Chromaluminiumnitrid (CrAlN) System erweitert. Das Aluminiumatom lagert sich auf Chromgitterplätzen an, infolge des größeren Atomradius im Vergleich zum Chromatom kommt es zu einer Verzerrung des Gitters, die Dichte erhöht sich. Weitere Effekte sind die Steigerung der Beständigkeit gegenüber elektrochemischer Korrosion und der Heißgasoxidation. Es konnte sowohl die Härte als auch das E-Modul im Vergleich zu einer Chromnitridbeschichtung erhöht werden, [86, 87]. Die Härte wurde mit 35 GPa gemessen, diese Werte sind aber genauso wie die der CrN Beschichtung stark von den Prozessparametern abhängig, [88]. Die untersuchten Schichten wurden mittels Sputtern abgeschieden, es wurden CrAl-Mischtargets verwendet. Die Abscheidung mittels Lichtbogenverdampfen gestaltet sich schwierig, da bei Auftreffen des Lichtbogens CrAl-Sprödphasen entstehen, welche sich in der Beschichtung einlagern können. Es müssen während des Prozesses Cr- und Al-Targets verwendet werden, um eine Prozessstabilität gewährleisten zu können, [89].

In weiteren Untersuchungen wurden die drei vorgestellten Systeme kombiniert, zu einer im Sputterprozess abgeschiedenen quaternären CrAlON Beschichtung. Diese zeichnete sich durch eine verringerte Adhäsionsneigung zu Polymerschmelzen aus. Der Sauerstoffgehalt in der Beschichtung wurde variiert, eine Änderung der Härte konnte dabei nicht festgestellt werden, [90–92].

### 3.6.6.2 Schichtsysteme auf Titanbasis

Titan ist ein Metall mit einer Dichte bei Raumtemperatur von  $4,5 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3}$ , einem hexagonalen Gitter und einem Schmelzpunkt von  $1941^\circ\text{C}$ , [93].

Durch Nutzung von Stickstoff als Reaktivgas wird Titannitrid (TiN) gebildet. Titannitrid bildet eine NaCl Struktur aus, wobei die Titanatome ein kubisch flächenzentriertes Gitter aufspannen, in welchem sich die Stickstoffatome auf den Oktaederlücken interstitiell einlagern. [94]. Titannitrid zeichnet sich durch seine hohe Korrosionsbeständigkeit, hohe Oberflächenhärte, die Adäsionsbeständigkeit und guten mechanischen Eigenschaften aus. Dies machte TiN schon seit den 1980iger Jahren zu einer führenden Beschichtung für Werkzeugstähle, welche mittels Lichtbogenverdampfen aufgetragen wurde. Es wurden so Standzeitverlängerungen der Werkzeuge um den Faktor 10 erreicht, bei 30% gesteigerten Kosten, [95]. Ein weiterer Einsatzpunkt ist die Nutzung als Glanzschicht, da die Beschichtung ein golden gelbes Äußeres aufzeigt, [96]. In Abbildung 3-21 a) sind die Bruchkanten eines Substrates mit einer Titannitridbeschichtung abgebildet. Gut erkennbar ist das ausgeprägte kolumnare (Stängel-) Wachstum, welches in Abschnitt 3.6.3 beschrieben wird. Die interkolumnaren Räume sind ausgefüllt, was auf eine hohe Dichte und eine geringe Porosität schließen lässt.

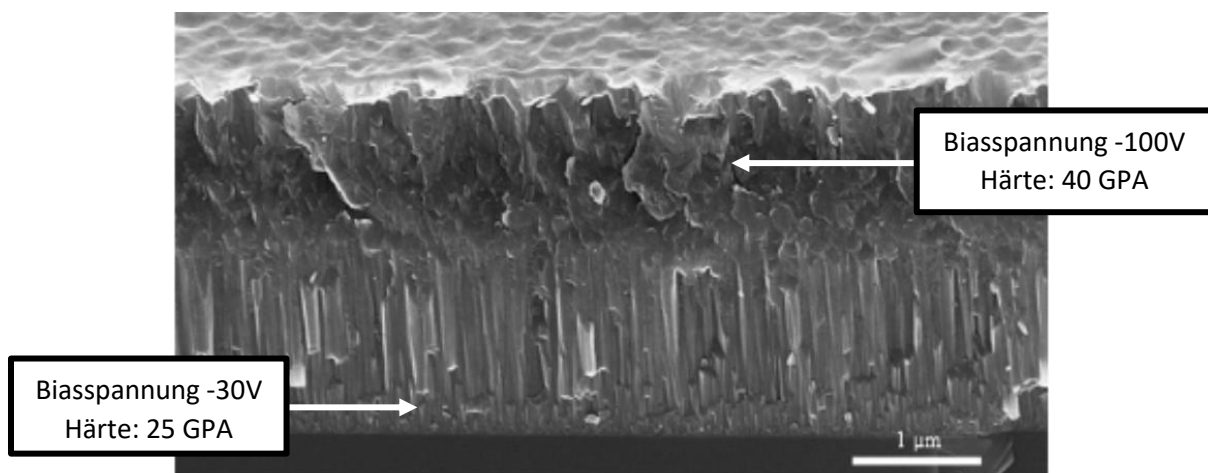


**Abbildung 3-21:** REM Bild von Bruchkanten einer a) TiN PVD-Beschichtung b) TiAlN PVD Beschichtung [97]

Weitere Versuche mit der Abscheidung von Titanaluminiumnitrid ( $\text{Ti}_{x-1}\text{Al}_x\text{N}$ ) wurden unternommen. Eine Bruchkante einer  $\text{Ti}_{0,4}\text{Al}_{0,6}\text{N}$  Beschichtung ist in Abbildung 3-21 b) dargestellt. Es wurden die selben Prozessparameter verwendet, wie in der TiN Beschichtung in Abbildung 3-21 a). Durch die Dotierung mit Aluminium ist die Struktur deutlich feiner ausgebildet, die interkolumnaren Räume sind geringer ausgeprägt, was zu besseren Schichteigenschaften führt. Die Gründe dafür sind in Kapitel 3.6.3 dargestellt. TiN bildet die kubische NaCl Struktur aus, Aluminiumnitrid (AlN) bildet eine hexagonale Wurtzstruktur aus. Die kubische NaCl Struktur dominiert bei PVD üblichen Prozesstemperaturen von  $300^\circ$  bis zu einem Wert von  $x = 0,7$ , sinkt der Titangehalt weiter, so kommt es nach durchlaufen einer Transitzone zu einer dominanten hexagonalen Struktur. Der Aluminiumgehalt verbessert



maßgeblich die Oxidationsbeständigkeit, jedoch verschlechtert das hexagonale Gitter die Duktilität infolge der geringen Anzahl an Gleitebenen. Die Erhaltung der guten mechanischen Eigenschaften begrenzen daher den Aluminiumgehalt, [94]. Die Erzeugung von Beschichtungen im Transitbereich ist für die Hersteller von Schneidwerkzeugen interessant, da in diesem Bereich sich TiN Partikel in der hexagonalen Struktur einlagern und die Versetzungen blockieren. Dadurch wird eine Härtesteigerung erreicht, der Einsatzbereich liegt in einem Temperaturfeld bis zu 800 °C, [98]. Da der Al-Gehalt begrenzt ist, wenn die Duktilität erhalten bleiben soll, wurde die Dotierung mit weiteren Elementen untersucht, es wurde das quaternäre System TiAlSiN abgeschieden. Die hohe Oxidationsbeständigkeit der TiAlN Beschichtung kommt durch eine passivierende  $\text{Al}_2\text{O}_3$  Schichtausbildung. Si bildet mit der Atmosphäre  $\text{SiO}_2$  aus. Die beiden Oxidschichten verhindern eine weitere Diffusion des Sauerstoffes und erweitern die Oxidationsbeständigkeit auf Einsatztemperaturen von bis zu 1200°C, [99, 100]. Eine weitere Möglichkeit die Temperaturbeständigkeit zu steigern, wurde durch die Kombination von CrN und TiAlN Schichten in einem Multilayerverbund erreicht, [101].



**Abbildung 3-22:** Gradierte TiAlN Beschichtung mit betraglich steigender Biasspannung [102]

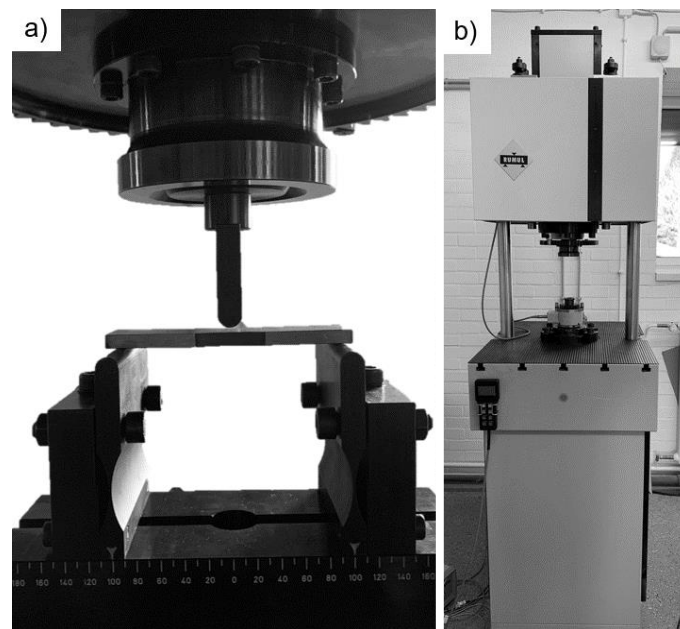
Die Härte der TiAlN Beschichtung schwankt zwischen 25 GPa und 40 GPa, abhängig von den Prozessparametern. Für eine Härte von 25 GPa wurde eine Biasspannung von -30V genutzt, für eine Härte von 40 GPa wurde eine Biasspannung von -100 V genutzt. Um den Unterschied visuell zu verdeutlichen, wurde eine gradierte TiAlN Beschichtung erstellt, die zu Beginn mit -30V abgeschieden und die Biasspannung wurde während des Prozesses auf -100V erhöht. Dies ist in Abbildung 3-22 dargestellt. In der unteren Lage ist das kolumnare Wachstum ausgeprägt, mit Erhöhung der Biasspannung treffen die Adatome mit höherer Geschwindigkeit, entsprechend auch höherer Energie auf das Werkstück. Die Adatomoberflächenmobilität wird erhöht, es wird mehr Wärme in die Oberfläche eingebracht und es kommt zur Diffusion zwischen den Stängeln. Dadurch entsteht eine homogene, vernetzte Schicht.

#### 4. Prüf- und Messtechnik

Im folgenden Abschnitt werden die Prüftechnik und ausgewählte Messmethoden vorgestellt, welche in dieser Arbeit genutzt wurden. Die Prüftechnik wird in der Reihenfolge vorgestellt, in der auch die Untersuchungsergebnisse präsentiert werden.

##### 4.1 Resonanzfrequenzprüfmaschine

Die Untersuchung der Schwingfestigkeit gegenüber Biegebelastung wurde mittels einer zyklischen Resonanzprüfmaschine der Firma Russenberger Prüfmaschinen AG (Neuhausen am Rheinfall, CH) durchgeführt. In Abbildung 4-1 a) ist der Prüfaufbau dargestellt. Der Abstand der Auflagepunkte beträgt 100 mm. Die Kraftinduzierung erfolgt in einem mittels Einschnürung definierten Bereich der Probe. Die Versuche wurden bei Raumtemperatur durchgeführt und sind kraftgesteuert.



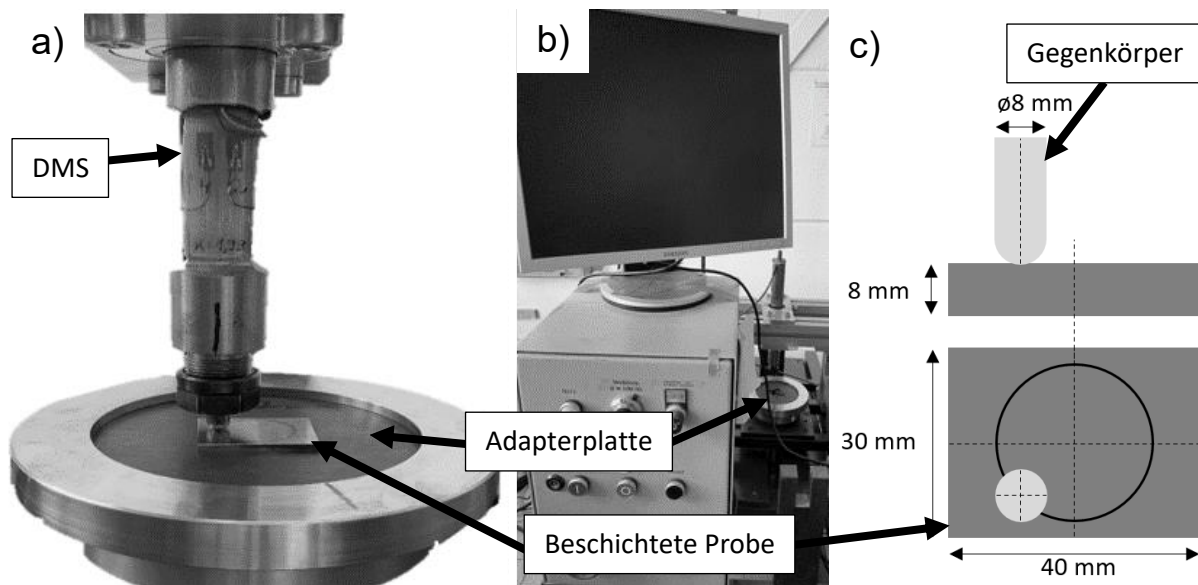
**Abbildung 4-1:** a) Eingebaute Probe in Resonanzfrequenzprüfmaschine b) Ansicht Prüfmaschine

Die Schwingungsfrequenz und die Auslenkung sind von der anliegenden Last und der Probensteifigkeit abhängig, welche sich aus dem Elastizitätsmodul und der Probengeometrie ergibt und von der Hauptmasse der Prüfmaschine. Die Auslenkung bzw. Durchbiegung der Probe ist von der Probensteifigkeit und dem anliegenden Biegemoment abhängig. Belastet wurde die Probe zyklisch auf dem jeweiligen Lasthorizont bei einem konstanten Biegespannungsverhältnis von  $R = 0,1$ . Die Probenanzahl pro Prüfpunkt beträgt  $n = 3$ .

##### 4.2 Stift-Scheibe Prüfstand

Für die Adäsionsverschleißprüfungen wurden ein Stift-Scheibe Prüfstand genutzt. Der verwendete Stift-Scheibe (Pin-on-Disk) Prüfstand ist eine am Institut für Schweißtechnik und Trennende Fertigungstechnik (ISAF) entwickelte Konstruktion. Der Aufbau richtet sich nach

der Norm ASTM G99. Zur Nutzung von rechteckigen Proben, welche durch die Abmaße des vorhandenen Substrates bedingt genutzt werden müssen, wurde eine Adapterplatte gefertigt (Abbildung 4-2 a)). Nach Entnahme der Probenplatte für Zwischenmessungen können die Proben durch vorhandene Markierungen auf Probe und Platte reproduzierbar erneut eingebaut werden. Ein erneutes Einlaufen der Gegenkörper wird damit vermieden. Vorversuche mit verschiedenen Werkstoffen als Stifte wurden durchgeführt. Als Universalgegenkörper wird ein Hartmetallstift verwendet. Das Hartmetall besteht aus 92% Wolframcarbid mit 8% Kobalt als Binder. Es wurde eine Härte von 82 HRC gemessen. Die Spitze ist als Halbkugel ausgebildet. Die aus dem Radius und der Winkelgeschwindigkeit resultierende Umfangsgeschwindigkeit und die Last wurden variiert. Der Reibwert wurde mittels Dehnungsmessstreifen (DMS) gemessen, welche temperaturunabhängig verschaltet wurden. Die Abtastrate beträgt 50 Hz. Die Versuche wurden bei Raumtemperatur durchgeführt. In Abbildung 4-2 b) ist die Anordnung des Prüfstandes dargestellt. Die Probenanzahl pro Prüfpunkt beträgt  $n = 2$ . Dadurch ergeben sich pro Versuch zwölf Profilmesspunkte und vier Volumenmesspunkte. In Abbildung 4-2 c) ist die Probengeometrie der beschichteten Platte und der Hartmetallgegenkörper dargestellt. Die Platten haben eine Grundfläche von 30 mm x 40 mm. Der Hartmetallstift hat einen 8 mm Durchmesser.

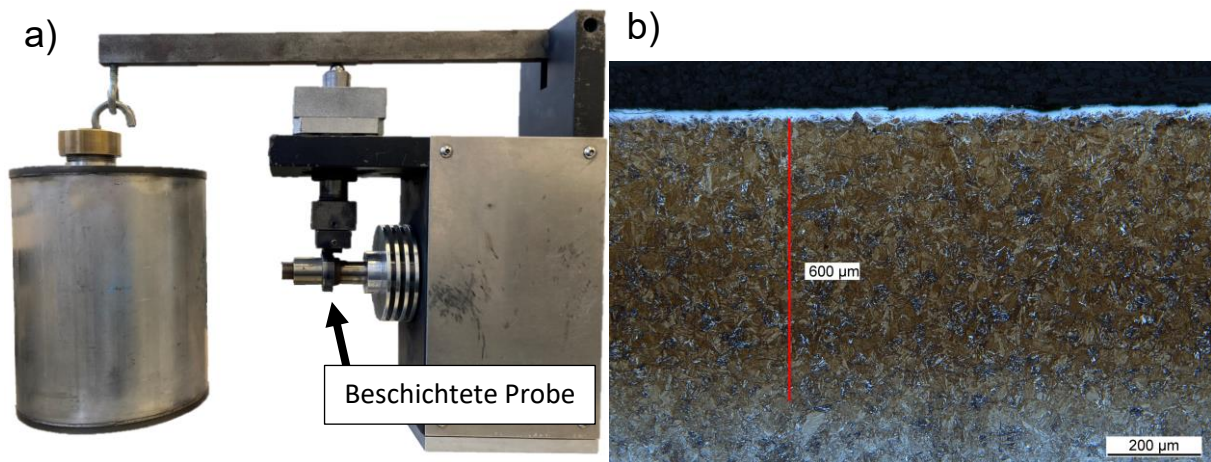


**Abbildung 4-2:** a) Eingebaute Probe in Stift-Scheibe Prüfstand b) Ansicht Prüfstand Stift-Scheibe c) Probengeometrie

### 4.3 Stift-Rolle Prüfstand

Um das System der Extruderschnecke im Konaktbereich mit dem Schneckenzyylinder zu simulieren, wurde ein nicht genormter Stift-Rolle Prüfstand verwendet. Rollen mit einer Breite von 8 mm aus vergütetem 1.2379 wurden genutzt. Vergütet wurden die Rollen durch 1070 °C Härten, abschrecken in einem Ölbad und anlassen bei 520°C. Die Ergebnisse der metallographischen Untersuchung sind in Abschnitt 5.1 aufgeführt. Als Gegenkörper wurde ein nitrierter 1.8550 verwendet. Dieser wurde auf 52 HRC vergütet und anschließend gasnitriert. Die Nitriertiefe liegt bei 600 µm, was in Abbildung 4-3 b) dargestellt ist. Die Prüfkraft während der Untersuchungen beträgt 200 N. Eine Zwischenmessung nach 100

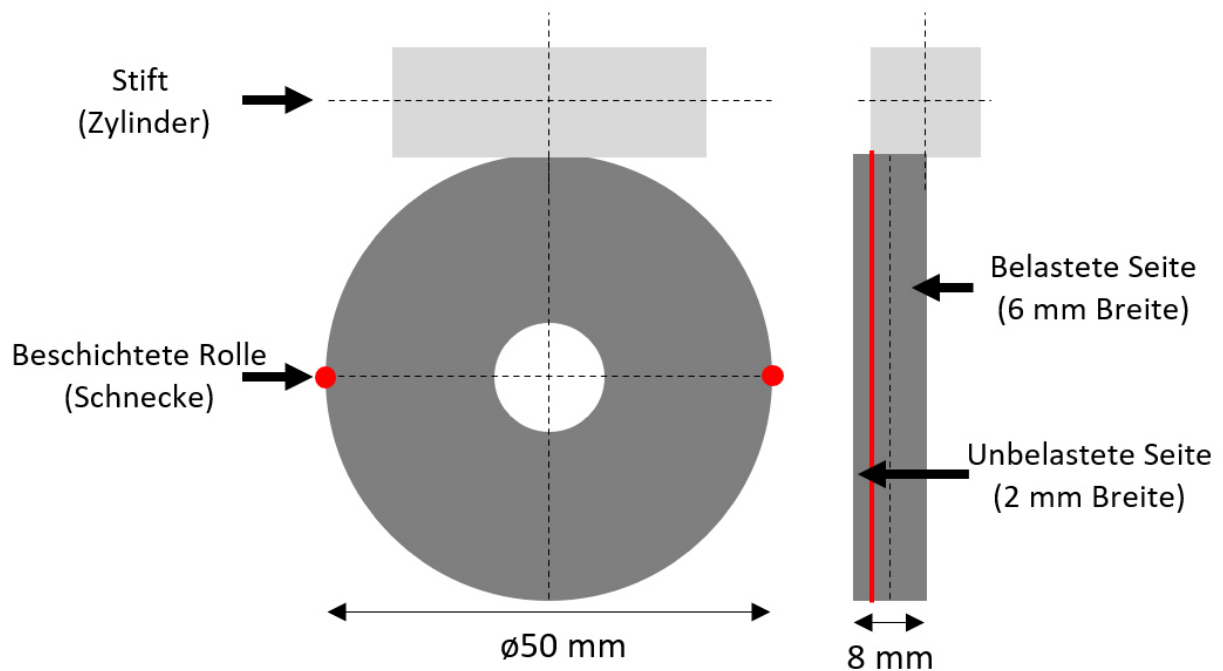
Metern wurde durchgeführt, um den Verschleiß während des Einlaufens der Paarungen dokumentieren zu können. Der Aufbau des Prüfstandes ist in Abbildung 4-3 a) dargestellt.



**Abbildung 4-3:** a) Stift-Rolle Prüfstandmodul b) Nitriertiefe 1.8550 Gegenkörper für Stift-Rolle Prüfung

Die Proben sind auf einer Breite von 6 mm in Kontakt, die nicht belasteten 2 mm dienen als Referenzpunkt für die Ermittlung des volumetrischen Materialabtrages mittels Laservermessung. Dies ist in

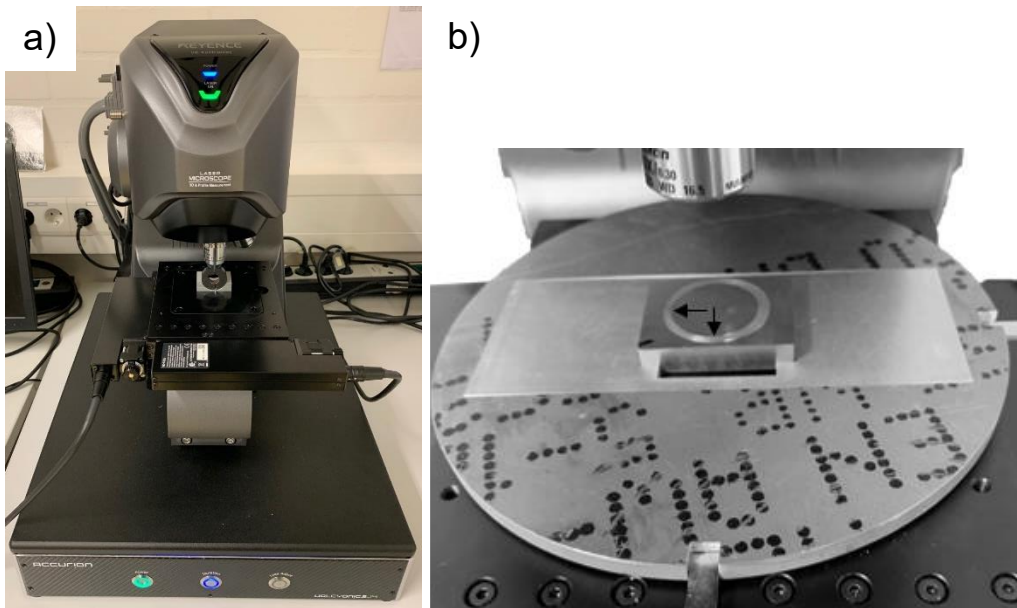
Abbildung 4-4 dargestellt. Verwendet wurden Rollen mit einem Durchmesser von 50 mm. Die Probenanzahl pro Prüfpunkt beträgt  $n = 2$ . Dadurch ergeben sich pro Versuch zwölf Profilmesspunkte und vier Volumenmesspunkte. Die Messpunkte, an denen CLSM Aufnahmen erstellt wurden, liegen um  $180^\circ$  versetzt und sind beispielhaft als rote Punkte eingetragen.



**Abbildung 4-4:** Probengeometrie für Stift-Rolle Prüfstand

#### 4.4 Konfokales Laser-Scanning Mikroskop (CLSM)

Zur Auswertung wurden unter anderem ein VK-X210 der Firma Keyence genutzt. Zur Messung wird ein Laserstrahl auf die Prüfoberfläche fokussiert. Für die Proben wurde ähnlich der verwendeten Adapterplatten im Stift-Scheibe Versuch eine Halterung auf dem Untersuchungstisch angefertigt. Durch Protokollierung der Koordinaten von Auffälligkeiten können diese bei Zwischenmessungen erneut angesteuert und deren Entwicklung festgehalten werden. Durch die Laserabtastung kann bei einer verwendeten 20 -fachen Vergrößerung die Oberfläche in 0,1  $\mu\text{m}$  Schritten vermessen werden.



**Abbildung 4-5:** a) Keyence VK-X210 mit Stift-Rolle Probe b) Stift-Scheibe Probe

Es wird ein definierter Bereich an Messpunkten abgefahren (Abbildung 4-5 b), und ein Array aus den einzelnen Bildern gebildet. Anschließend kann mittels der von Keyence bereitgestellten Analysesoftware (Abbildung 4-6) der Materialabtrag festgestellt werden. Dazu werden horizontale und vertikale Grenzen um den Verschleißbereich definiert und die Flächendifferenz ausgegeben. Des Weiteren wurde die Oberflächenrauigkeit anhand der, durch das CLSM, aufgezeichneten Daten ermittelt. An drei Messpunkten der Probe wurde die Linienrauigkeit bestimmt und der Mittelwert genommen.



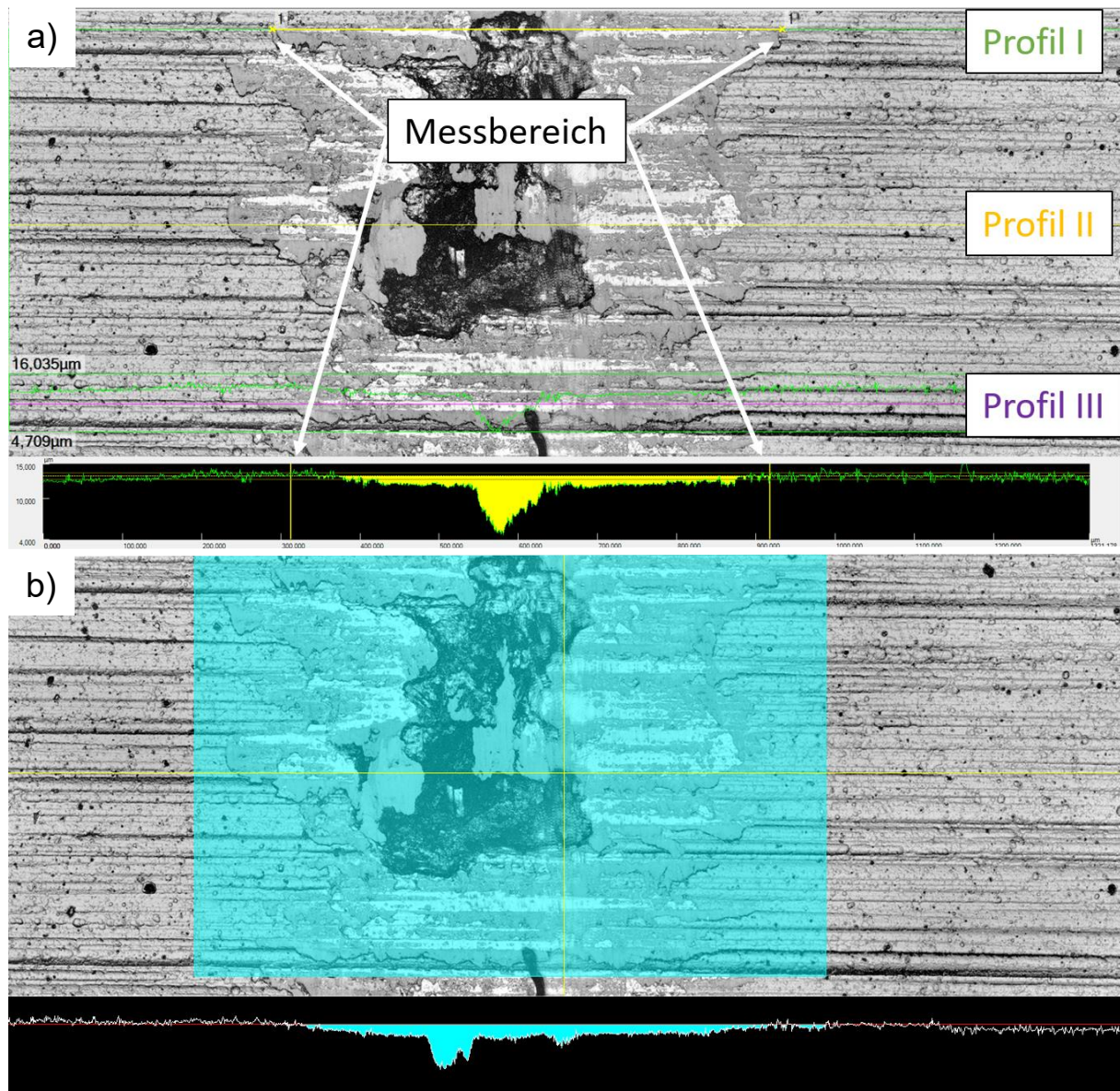


Abbildung 4-6: a) Profilmessung an drei Stellen b) Volumenmessung

## 5. Probenherstellung und Referenzmessungen

Im folgenden Kapitel werden die Probenherstellung und die Ergebnisse der Referenzmessungen an Substrat und den einzelnen Beschichtungen vorgestellt.

### 5.1 Substratcharakterisierung und Auslagerungsversuche

Für diese Untersuchungen wurde der lederburitische Kaltarbeitsstahl 1.2379 ausgewählt, da der Stahl aufgrund seiner hohen Härte gut für Beschichtungen geeignet als Substrat ist und häufig in der Extrusionstechnik eingesetzt wird, [103]. Bei Substratwerkstoffen, welche einen geringen Widerstand gegen das Eindringen von Fremdkörpern aufweisen, besteht die Möglichkeit, dass infolge von hoher lokaler Belastung eine Plastifizierung des Substrates stattfindet. Das Substrat verformt sich und die darüber liegende Schicht wird beschädigt. Dieser Effekt wird als Eierschaleneffekt bezeichnet, [104, 105]. Damit wäre nicht der limitierende Faktor die mechanischen Eigenschaften der Beschichtung, sondern des Substrates. Der Werkstoff 1.2379 wird unter anderem als Werkzeugstahl in der Umformtechnik eingesetzt, [106].

**Tabelle 5:** Chemische Zusammensetzung 1.2379 nach Datenblatt in Gew. %, [107]

C	Si	Mn	Cr	Mo	V	Fe
1,55	0,3	0,4	11,8	0,8	0,8	Rest

Der hohe Anteil an Chrom ist auch bei nichtrostenden Stählen zu finden. Dort liegt Chrom gelöst als Zwischengitteratom in der Stahlmatrix vor. Die Chromelemente reagieren an der Oberfläche mit dem Atmosphärensauerstoff und bilden Chromoxide aus, welche zu einer Passivierungsschicht führen. Nichtrostende Stählen haben einen maximalen Kohlenstoffanteil von 1,2% und mindestens 10,5% nicht in Karbiden oder ähnlichen Ausscheidungen gebundenen Chrom, [108]. Bei einem hohen Kohlenstoffanteil bilden sich Chromcarbide aus, wobei unterschieden wird zwischen primär aus der Schmelze erstarrten und sekundär durch Wärmebehandlung entstandenen Karbiden. Durch die Bindung des Chroms in den Sekundärausscheidungen kommt es zu einer Chromverarmung an der Oberfläche. Die inkohärent eingelagerten Chromcarbide auf den Korngrenzen führen zu einem Härteanstieg, jedoch auch zu Duktilitätsminderungen, [109]. Während der Erstarrung aus der Schmelze bilden sich primär  $\text{Cr}_7\text{C}_3$ -Karbide, [110]. Diese Teilchenhärtungsvorgänge sind bei der Gruppe der Kaltarbeitsstähle explizit erwünscht. Bei der Wärmebehandlung in einem Temperaturbereich von 450 °C bis 850°C nach dem Härten, scheiden sich erneut Chromkarbide aus. Der dazu benötigte Kohlenstoff wird aus dem metastabilen Austenit gelöst. Im 1.2379 während des Anlassvorganges entstehen hauptsächlich  $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$ -Karbide.

Im lösungsgeglühten Zustand liegt ein mit Chrom und Kohlenstoff übersättigter Mischkristall vor. Die Gitterstruktur ist kubisch raumzentriert dominiert. Im Gefüge ist jedoch häufig, in Abhängigkeit der Wärmebehandlung, ein Restanteil mit kubisch flächenzentrierter Gitterstruktur (austenitisch) vorhanden. Wird durch äußere Energieeinbringung, sei es mechanisch oder thermisch, dieser metastabile Zustand aktiviert, kommt es zu einem Umklappen des Gitters in eine tetragonal verzerrte kubisch raumzentrierte Struktur



(martensitisch). Dies geht mit einer Querkontraktion infolge des differenten Raumfüllungsfaktors einher, was zur Folge die Indizierung von Eigenspannungen hat. Um den Restaustenit umzuwandeln, kann eine Sonderwärmebehandlung, als auch eine Tieftemperaturbehandlung durchgeführt werden. Die Sonderwärmebehandlung zeichnet sich durch mehrmaliges Anlassen aus. Die Dauer des Anlassens liegt bei 2 Stunden, bei einer Sonderwärmebehandlung wird dieser Vorgang dreimal durchgeführt. Das Ziel der Sonderwärmebehandlung ist die Verringerung des Restaustenitanteils, [111]. Auf den Einfluss des Restaustenits wird in Abschnitt 6.2 weiter eingegangen. Das Werkstück muss zwischen den Behandlungen auf Raumtemperatur abkühlen. Ein Verzug der Schnecken durch die sich ändernde Gitterstrukturen kann durch ausnutzen der Gewichtskraft vermieden werden. Bei einer Tieftemperaturbehandlung wird das Werkstück mittels Trockeneis ( $\text{CO}_2$ ) gekühlt. Dadurch wird die Temperatur unter die Martensitstarttemperatur abgekühlt. Durch Tiefkühlung hergestellter Martensit weist deutlich schlechtere mechanische Eigenschaften auf, als durch eine Sonderwärmebehandlung entstandener Martensit. Dies ist auf die differenzierte Gitterstruktur zurück zu führen, [112].

**Tabelle 6:** Chemische Zusammensetzung Ätzmittel, [113]

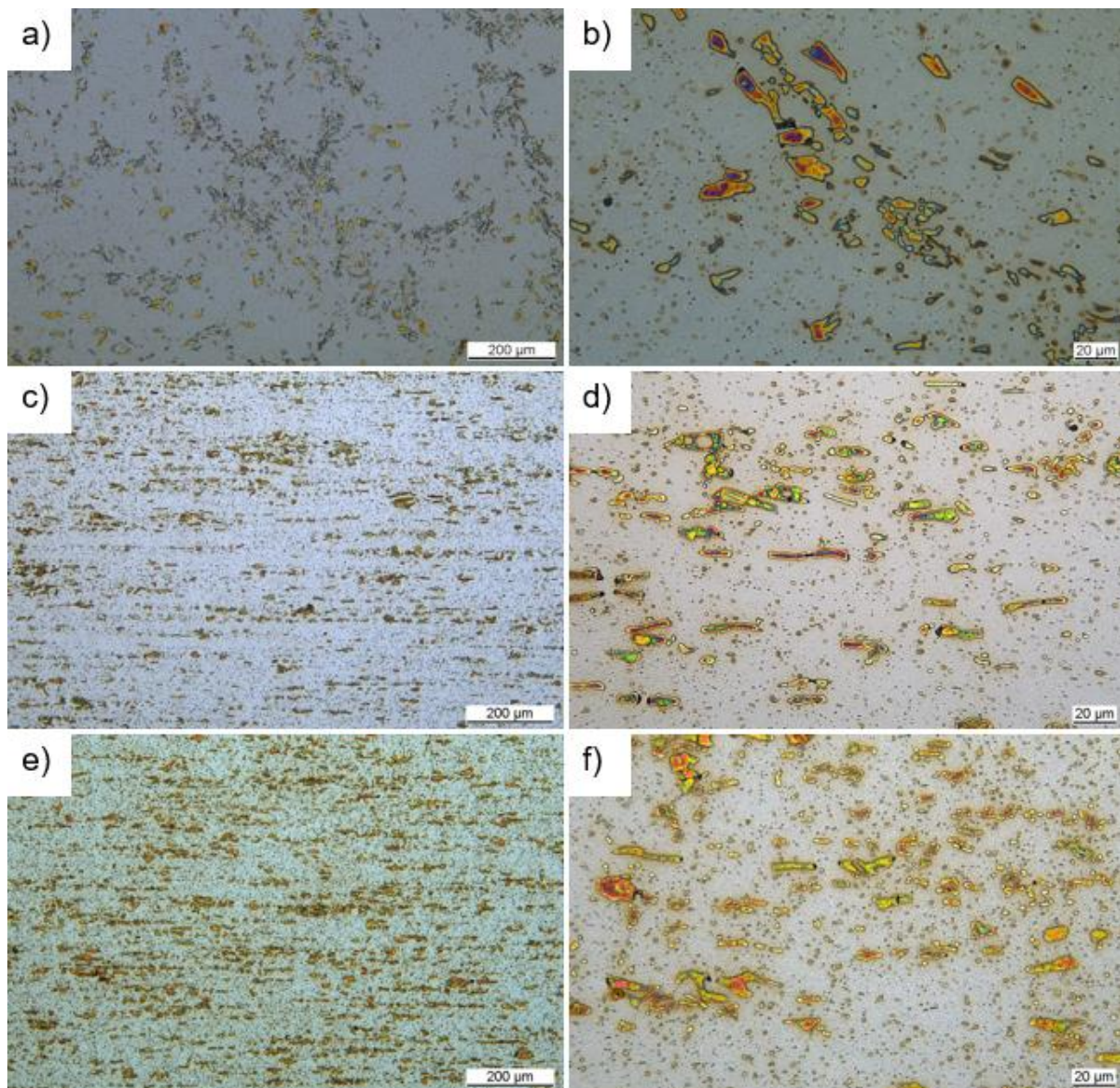
Murakami	Nital
100 ml Wasser	100 ml Ethanol (96 %)
5-10g Kaliumhydroxid / Natriumhydroxid	1-10 ml Salpetersäure (65 %)
5-10g Kaliumferrizyanid	



**Abbildung 5-1:** Großaufnahme Gefügeausbildung 1.2379 Probe (Anlasstempertatur 520°C) mit Murakamikontrastierung



In Abbildung 5-1 wird das Gefüge durch eine Makroaufnahme abgebildet. Die chemische Zusammensetzung der Ätzmittel ist in Tabelle 6 vermerkt. Es ist deutlich die stängelförmige dendritische Makrostruktur zu erkennen, [114]. Diese heben sich als weiße erkennbare Linien ab. Zwischen den in einem 90° abgehenden dendritischen Armen, liegen angesammelt Karbide. Diese sind als dunkle Punkte sichtbar. In den Bereichen zwischen den Armen liegen hauptsächlich primär, daher aus der Schmelze ausgeschieden, Karbide vor. Das Gefüge in der Makroaufnahme wurde einer Sekundärhärtung unterzogen. Die während der Wärmebehandlung ausgeschiedenen Karbide sind deutlich feiner und auf dieser Makroaufnahme nicht zu erkennen. Um den durch die Wärmebehandlung entstehenden Unterschiede zu verdeutlichen, wurden weitere Ätzungen vorgenommen.



**Abbildung 5-2:** Murakamikontrastierungen 1.2379 a) b) Lösungsgeglühter Zustand c) d) 1070°C gehärtet, 400 °C angelassen e) f) 1070°C gehärtet, 520 °C angelassen

In der metallographischen Untersuchung wurden mehrere Vergütungszustände untersucht. Im lösungsgeglühten Anlieferungszustand weist der Stahl eine heterogene Struktur auf

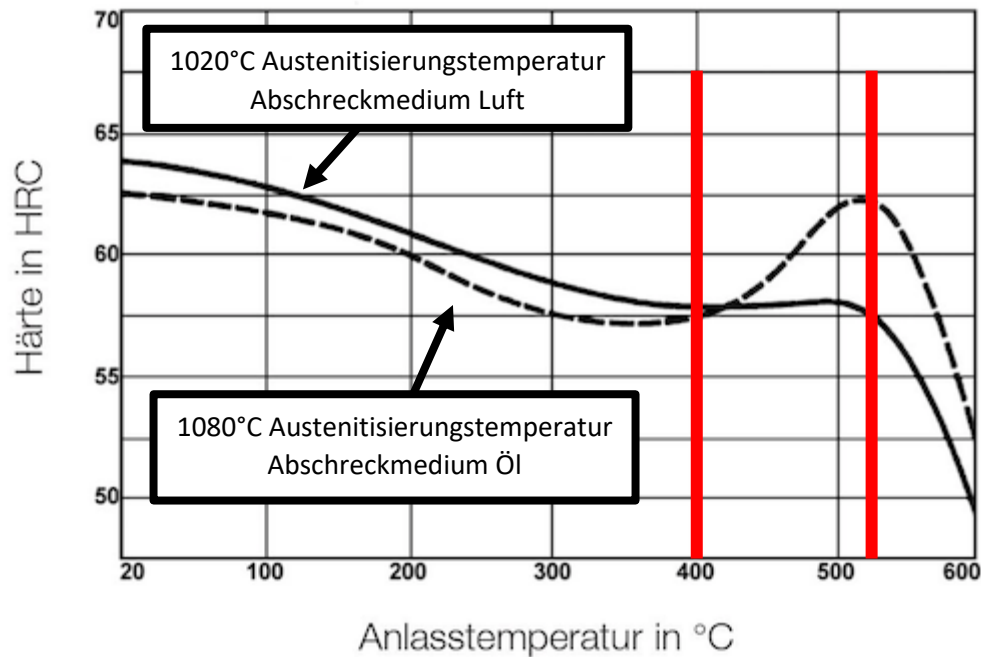
(Abbildung 5-2 a)). Die Karbide sind farblich von der weißen Grundmatrix abgehoben. Lokal kommt es zu einer stark erhöhten Karbidkonzentration, wohingegen andere Bereiche fast keine Karbide aufweisen. Neben den großen Chromkarbiden sind auch Vanadium- und Molybdänkarbide als kleine Punkte sichtbar. Diese Elemente werden als Impfung zugegeben, um ein feinkörniges Gefüge zu erzielen. In Abbildung 5-2 c) wird die anisotrope Struktur sichtbar, welche durch den Produktionsprozess entsteht. Die Probe wurde bei 1070°C Austenitisierungstemperatur unter Schutzgas gehärtet und bei 400°C angelassen. Lokale Bereiche mit einer Karbidverarmung sind weiterhin sichtbar, jedoch deutlich weniger ausgeprägt. Dispers verteilt sind deutlich mehr feine Karbide erkennbar. Dies deckt sich mit Beobachtungen, dass ab ca. 300°C der Restaustenit beginnt zu zerfallen, [115]. Durch die vergrößerte Aufnahme d) wird gezeigt, dass sich der Anteil an kleinen Karbiden in den Zwischenbereichen erhöht hat. Eine Erhöhung der Anlasstemperatur von 400°C auf 520°C erhöht den Anteil an karbidischen Ausscheidungen weiter. Die Struktur wird homogen, in der vergrößerten Ansicht ist erkennbar, dass sich fein verteilt kleine Karbide befinden. Dies war in der Makroaufnahme (Abbildung 5-1) infolge der geringen Vergrößerung nicht zu erkennen.

**Tabelle 7:** Härtemessung an 1.2379 bei verschiedenen Vergütungsstufen

Härtetemperatur Anlasstemperatur	Anlieferungs- zustand	1070 °C 0°C	1070 °C 400°C	1070°C 520°C
Gemessen HRC	Unter 20 HRC	64 HRC	56 HRC	61 HRC

Mittels einer HRC Eindringprüfung wurde die Härte bei verschiedenen Vergütungen gemessen. Die Ergebnisse sind in Tabelle 7 dargestellt. Alle durchgeführten Vergütungen erfolgten unter Schutzgas. Um die Härtemessung durchführen zu können, muss der Werkstoff eine Härte von mindestens 20 HRC aufweisen. Diese wird im lösungsgeglühten Anlieferungszustand nicht erreicht. Alle Proben wurden in einem Ölbad abgeschreckt. Bei einer Härtetemperatur von 1070°C wurde eine Härte von 64 HRC gemessen. Durch Anlassen unterhalb der Sekundärhärtetemperatur wurde eine Härte von 56 HRC erzielt. Durch ein Erhöhen der Anlasstemperatur um 120°C auf 520°C kommt es zu einer Sekundärhärtung. Durch die Karbidausscheidung erhöht sich die Härte auf 61 HRC.

In der Abbildung 5-3 ist das Anlassschaubild für den Lederburitischen Kaltarbeitsstahl 1.2379 abgebildet. Auf der Abszisse befindet sich die Anlasstemperatur, auf der Ordinate wurde die Härte in HRC eingetragen. Die durchgezogene schwarze Linie beschreibt die Härteentwicklung bei einer Austenitisierungstemperatur von 1020°C, abgekühlt an der Luft. Die gestrichelte schwarze Linie beschreibt die Härteentwicklung bei 1080°C Austenitisierungstemperatur und Abschreckung im Ölbad. Auffällig ist, dass die Kombination aus niedriger Anlasstemperatur und geringer Abkühlrate durch Luft zu einem Ausbleiben der Sekundärhärtung führt. Durch die geringere Austenitisierungstemperatur wird weniger Kohlenstoff interstitiell im Kristallgitter gelöst. Die niedrigere Abkühlgeschwindigkeit erlaubt mehr Diffusionsvorgänge und das Kristallgitter wird weniger stark verspannt. Rot wurden die bereits vorgestellten Anlasstemperaturen 400°C und 520°C eingezeichnet. Es ist deutlich zu erkennen, dass die Anlasstemperatur 400°C vor der Sekundärhärtung liegt und diese bei 520°C bereits stattgefunden hat.



**Abbildung 5-3:** Anlassschaubild für den lederburitischen Kaltarbeitsstahl 1.2379 [116]

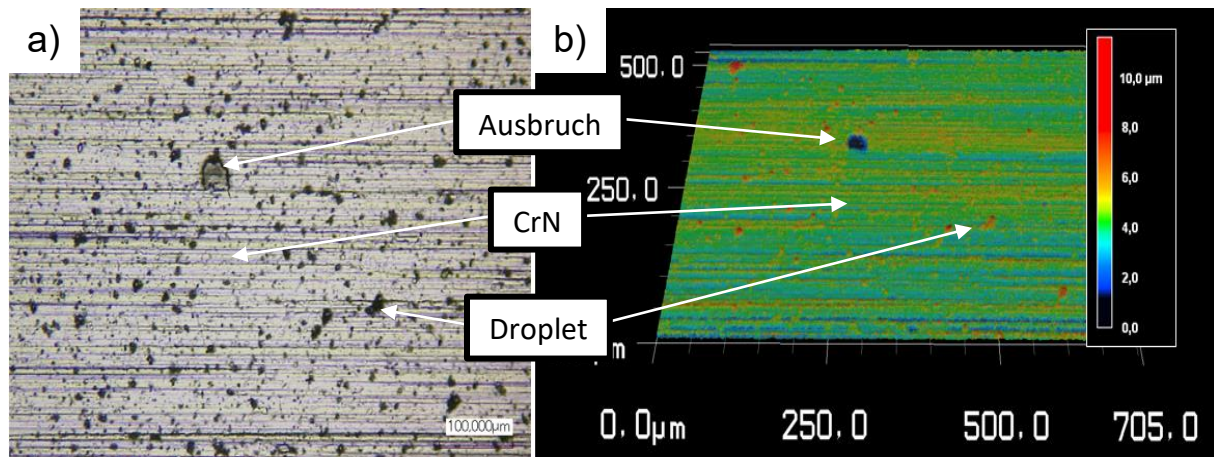
## 5.2 Chrom-Chromnitrid (CrN)

Bei der als Referenz genutzten Beschichtung handelt es sich eine Verbundschicht aus einer Haftvermittlerschicht Chrom und einer Verschleißschuttschicht Chromnitrid. Diese wurden mittels Ionenplattieren (arc-PVD) abgeschieden. Der Beschichtungsprozess dauert ca. 10 Stunden und findet bei 450°C statt.

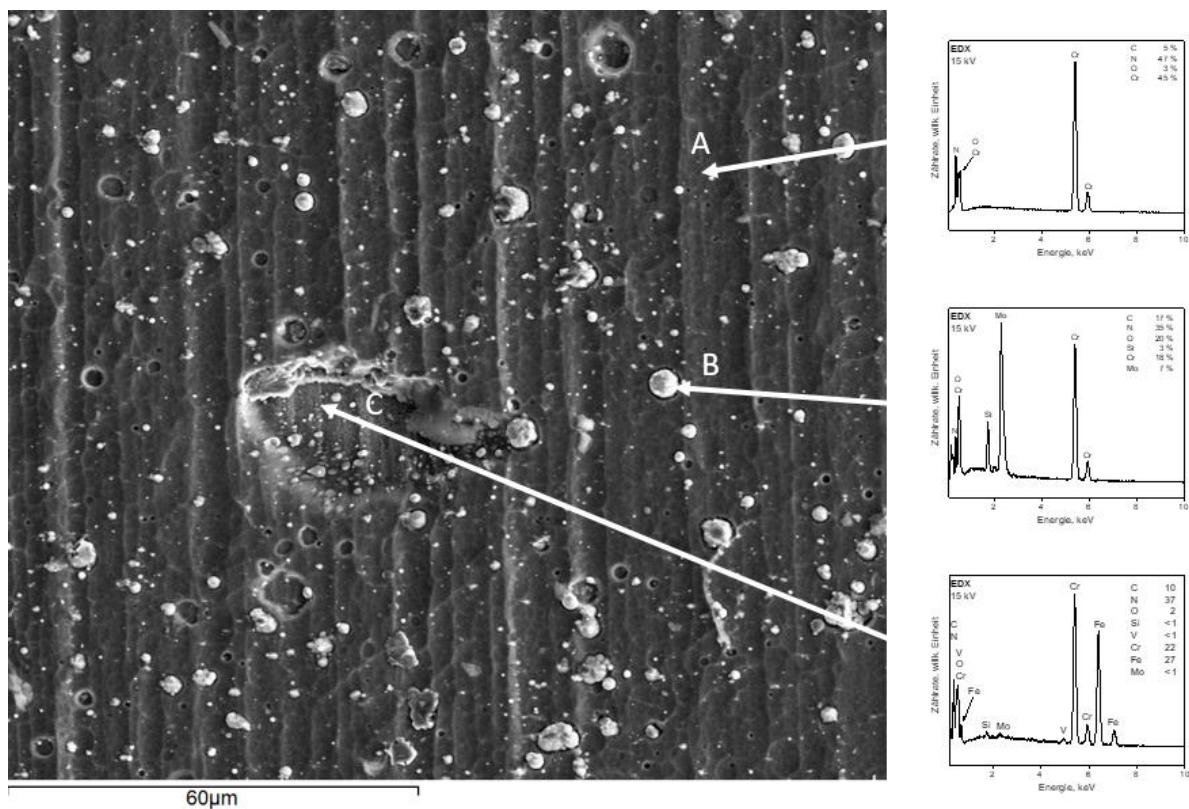
In einer ersten Analyse wurden die beschichteten Proben mittels des konfokales Laser-Scanning Mikroskop untersucht. Lokal kam es zu Ausbrüchen an der Oberfläche. Darunter ist das Substrat erkennbar. An diesen Stellen lässt sich die Schichtdicke auf 4 µm bestimmen. Auch Schleifriefen sind erkennbar. Auf der Oberfläche befinden sich Mikrofehlstellen in Form von Droplets. Diese sind optisch als schwarze Punkte in der Beschichtung erkennbar (Abbildung 5-4 a)) und ragen bis zu 5 µm über die Beschichtung hinaus. Die Schleifriefen der polierten Oberfläche sind auch durch die Beschichtung erkennbar.

In einem weiteren Analyseschritt wurden EDX-Messungen (mit ZAF-Methode korrigiert [117]) an der Oberfläche vorgenommen (Abbildung 5-5). Dabei wurde die Beschichtung (Punkt A), Droplets (Punkt B) und Ausbrüche (Punkt C) untersucht. Die Chromnitridbeschichtung besteht aus 45 % Chrom und aus 47 % Stickstoff. Es sind Anteile von Kohlenstoff (5 %) und Sauerstoff (3 %) vorhanden. Das Droplet zeigt einen deutlich höheren Anteil an Sauerstoff (20 %) und Kohlenstoff (17 %), wobei sich der Chrom- (18 %) und Stickstoffanteil (35 %) verringert. An Punkt C ist die Beschichtung großflächig ausgebrochen, es wird ein hoher Eisenanteil (27 %) von gemessen. Die im Substrat enthaltenen Elemente Molybdän, Vanadium und Silizium wurden gemessen. Die Ergebnisse sind in Tabelle 8 aufgelistet. Die Rillen sind Schleifriefen bzw. Quetschungen infolge des Schleifprozesses.





**Abbildung 5-4:** Durch Industrie beschichtete Probe a) CLSM Lichtbild b) CLSM Höhenprofil ermittelt mittels Laserabtastung

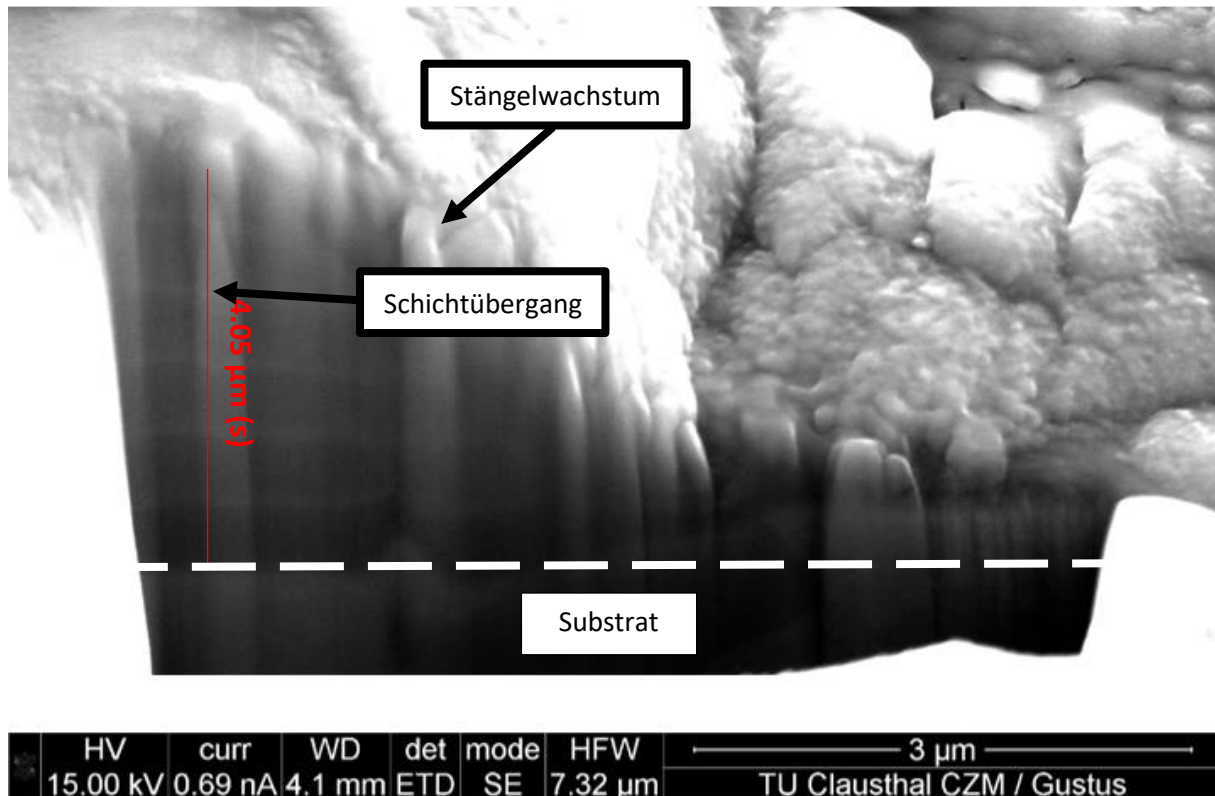


**Abbildung 5-5:** Rasterelektronenmikroskop Aufnahme der Oberfläche und EDX Analyse an ausgewählten Punkten (GPW)

**Tabelle 8:** EDX Messungen der industriellen Beschichtung in %

Punkt	Cr	N	C	O	Rest
A	45 %	47 %	5 %	3 %	0 %
B	18 %	35 %	17 %	20 %	10 %
C	22 %	37 %	10 %	2 %	30 %

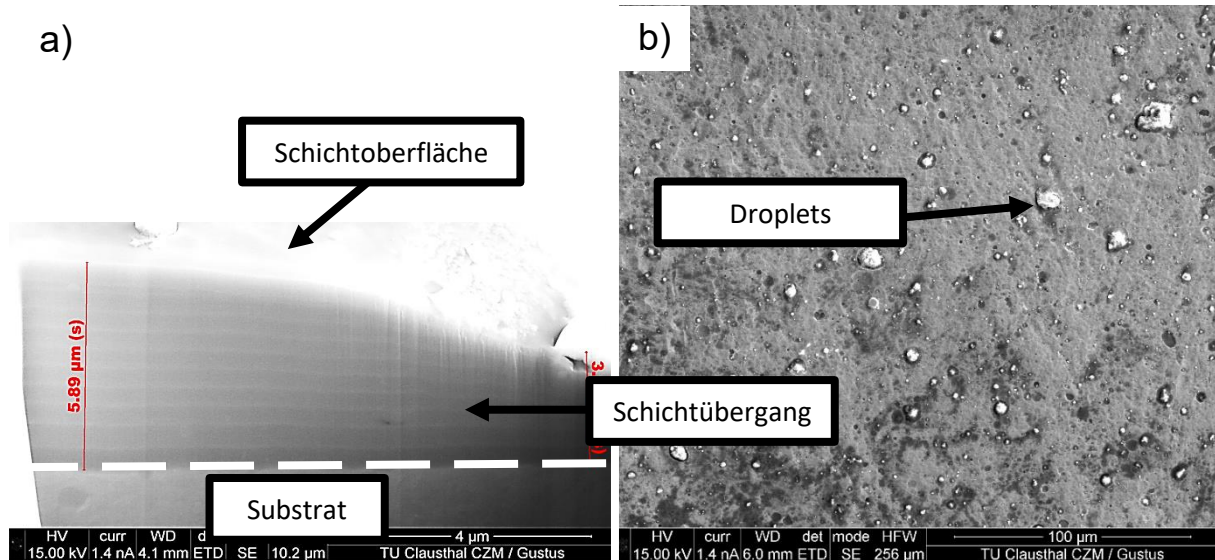
Zur Analyse des Schichtaufbaus wurde Mittels Focused Ion Beam (FIB) zur besseren Analyse die Schicht aufgeschnitten. Auf der rechten Seite von Abbildung 5-6 ist die Schicht durch einen Lichtbogenüberschlag während des Beschichtungsprozesses abgesprengt worden. Auf der linken Seite wurde die Schichtdicke vermessen. Die Chromnitridschicht zeigt ein Stängelwachstum. Ebenfalls sind die einzelnen Chromnitridlagen zu erkennen. Durch diesen Schichtaufbau werden die Eigenspannungen in der Schicht verringert und das Verschleißverhalten verbessert.



**Abbildung 5-6:** REM Aufnahme der Chromnitridschichtung unterstützt durch FIB-Schneidetechnik (GPW)

### 5.3 Chrom-Chromnitrid-Chromoxid (CrN/CrO)

Eine Multilagenkombination aus einer Schichtbasis aus Chrom und Chromnitrid mit einer Deckschicht Chromoxid wird ebenfalls getestet. Die Eigenschaften der Chromnitrid- und Chromoxidschichten werden in Kapitel 3.6.6.1 vorgestellt.

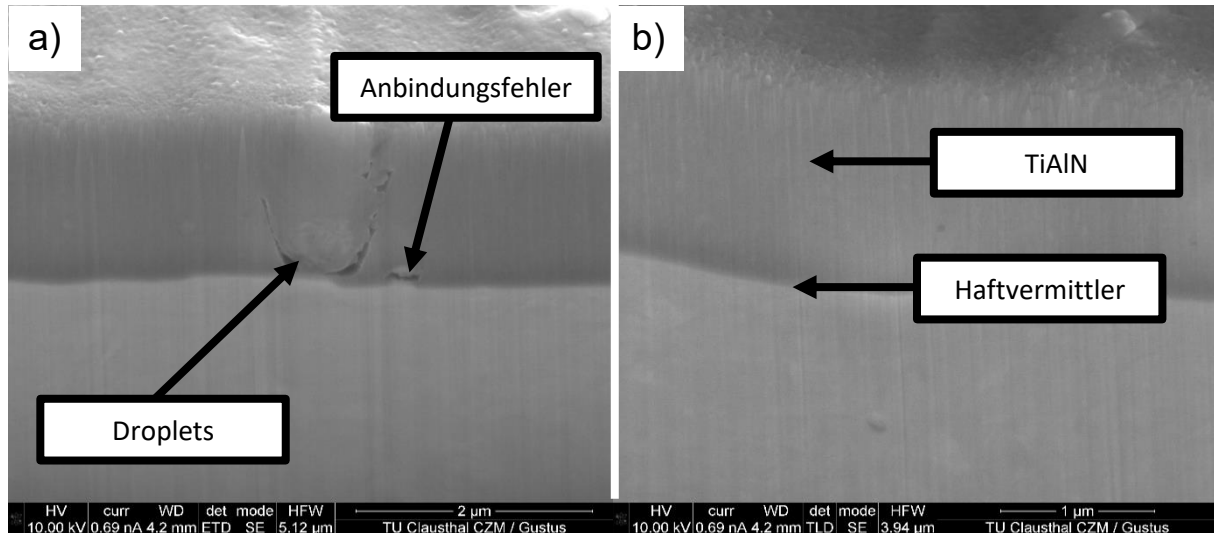


**Abbildung 5-7:** REM Aufnahme der CrN/CrO Beschichtung unterstützt durch FIB-Schneidetechnik (GPW) b) Rasterelektronenmikroskop Aufnahme der Oberfläche (GPW)

In Abbildung 5-7 sind REM Aufnahmen der Chrom-Chromnitrid-Chromoxidbeschichtung dargestellt. Teil a) zeigt ein durch die FIB-Schneidetechnik unterstütztes REM Bild. Der Multilagenaufbau ist deutlich zu erkennen, die oberste Deckschicht aus Chromoxid hebt sich hell hervor. Die Schichtdicke beträgt 5,89 µm. Im rechten Bereich von Teil a) ist ein Lichtbogenüberschlag zu erkennen, die Beschichtung ist nicht vollständig delaminiert, jedoch herrscht lokal eine verringerte Schichtdicke vor. In Teil b) ist die Oberfläche der Beschichtung dargestellt. Es sind eine große Anzahl an Droplets erkennbar. Lokal ist ein dunkler Belag auf der Beschichtung erkennbar. Farblich unterscheidet sich die Beschichtungsfarbe deutlich von der grauen Chromnitridbeschichtung. So sind die mit einer Oxideckschicht versehenen Proben mit einer mehrfarbigen Oberfläche versehen, bei welcher das Farbspektrum von violett bis grün reicht.

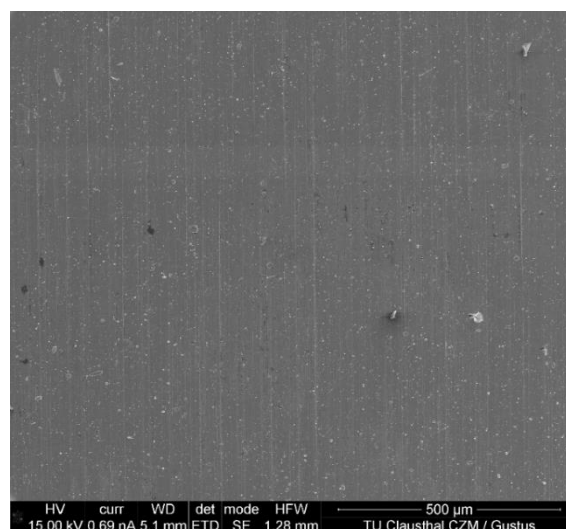
### 5.4 Titan-Titanaluminiumnitrid (TiAlN)

In diesem Kapitel wird eine mittels arc-PVD Verfahren hergestellte Titanaluminiumnitrid (TiAlN) Beschichtung untersucht. Die Eigenschaften der Beschichtung werden in Kapitel 3.6.6.2 beschrieben.



**Abbildung 5-8:** REM Aufnahmen TiAlN unterstützt durch FIB Schneidetechnik (GPW)  
a) Droplet in Beschichtung b) Stängelwachstum

In Abbildung 5-8 zeigen zwei REM Aufnahmen der Titanaluminiumnitridschicht. In die Schicht wurden Stufen hineingeschnitten, um den Schichtaufbau charakterisieren zu können. Zwischenlagen, wie bei den CrN Beschichtungen sind nicht sichtbar. Die Schichtdicke beträgt 1  $\mu\text{m}$ . In Teil a) wurde ein Droplet und ein Anbindungsfehler angeschnitten. Der Droplet ist gut angeschlossen, die Oberfläche der Beschichtung homogen, wenig geschuppt. Teil b) zeigt eine imperfectionsfreien Abschnitt der Beschichtung. Die Stängel sind sehr dünn. Dunkel hebt sich von dem Substrat dunkel der Haftvermittler auf Titanbasis ab. In Abbildung 5-9 ist die Oberfläche der TiAlN Beschichtung dargestellt. Es sind wenige große Imperfektionen erkennbar. Schleifriefen auf der Oberfläche heben sich hervor.



**Abbildung 5-9:** REM Aufnahmen der Oberfläche der TiAlN Beschichtung (GPW)



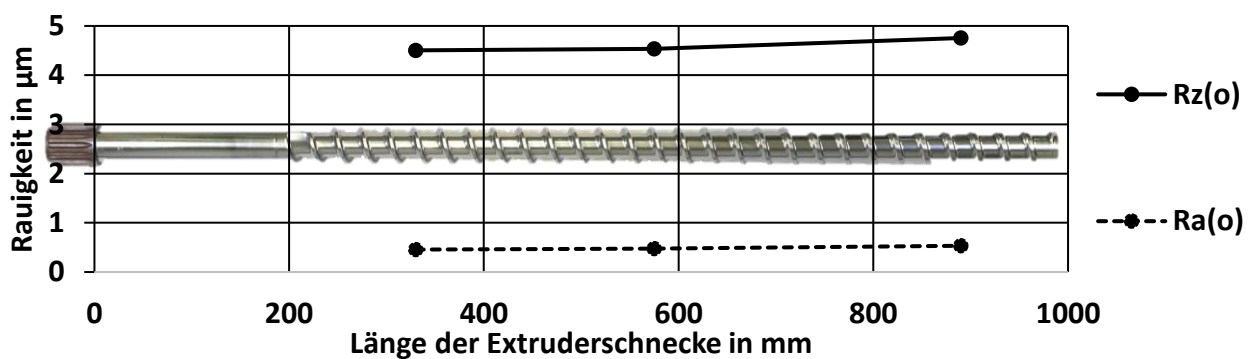
## 6. Grundlagenuntersuchungen Substrat- und Schichthaftung

Im Folgenden werden die Ergebnisse der Grundlagenuntersuchungen vorgestellt. Diese umfassen die Charakterisierung des Substrates und der Beschichtungen.

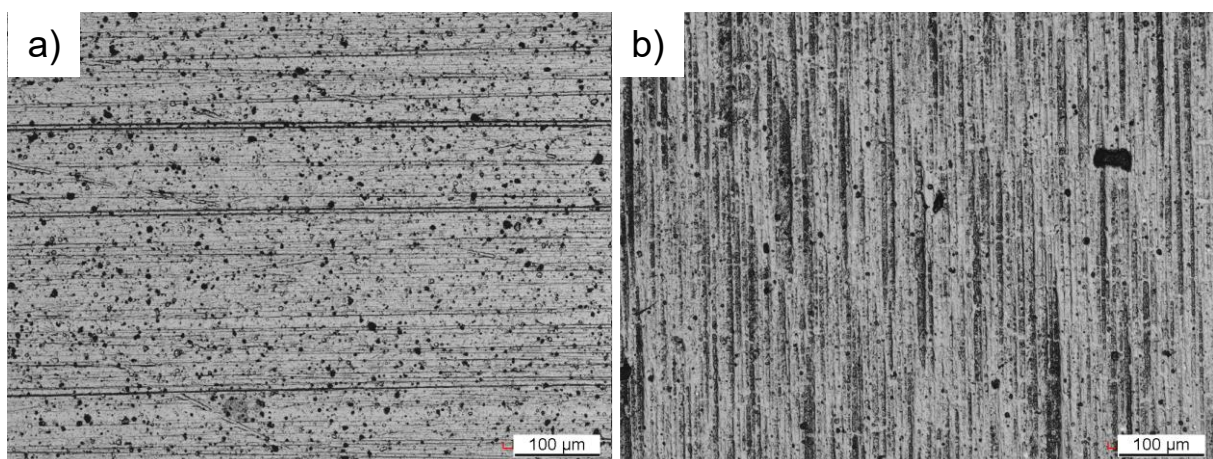
### 6.1 Oberflächenuntersuchung von Industrieschnecken

Aus einer ungenutzten Extrusionsschnecke wurden drei Proben, pro Extrusionszone eine, mittels Drahterosion entnommen und die Oberflächenrauigkeit der Schneckenstege vermessen. Die Ergebnisse sind in

Abbildung 6-1 dargestellt. Auf der Abszisse ist die Schneckenlänge in mm aufgetragen, wodurch die Lage der Probenentnahme dokumentiert wurde, auf der Ordinate die Rauigkeit. Der Wert für  $R_z$  schwanken zwischen  $4,5\ \mu\text{m}$  und  $4,7\ \mu\text{m}$ .  $R_a$  liegt konstant bei einem Wert von  $0,5\ \mu\text{m}$ .



**Abbildung 6-1:** Oberflächenrauigkeit an ausgewählten Stellen von unbenutzter Industrieschnecke in  $\mu\text{m}$



**Abbildung 6-2:** CLSM Laserbilder a) Beschichtete Laborprobe mit 220er Rauigkeit b) Beschichtete Schneckenoberfläche

In Abbildung 6-2 sind die CLSM-Laserbilder der Probenoberfläche und der Schneckenoberfläche abgebildet. Vergleichend fällt die breitere Ausprägung der Schleifriefen bei der Schneckenoberfläche auf. Die Laborprobe wurde vor dem Beschichtungsprozess mit 220er Schleifpapier bearbeitet. Die gemessenen Rauigkeitswerte werden in Abschnitt 6.3

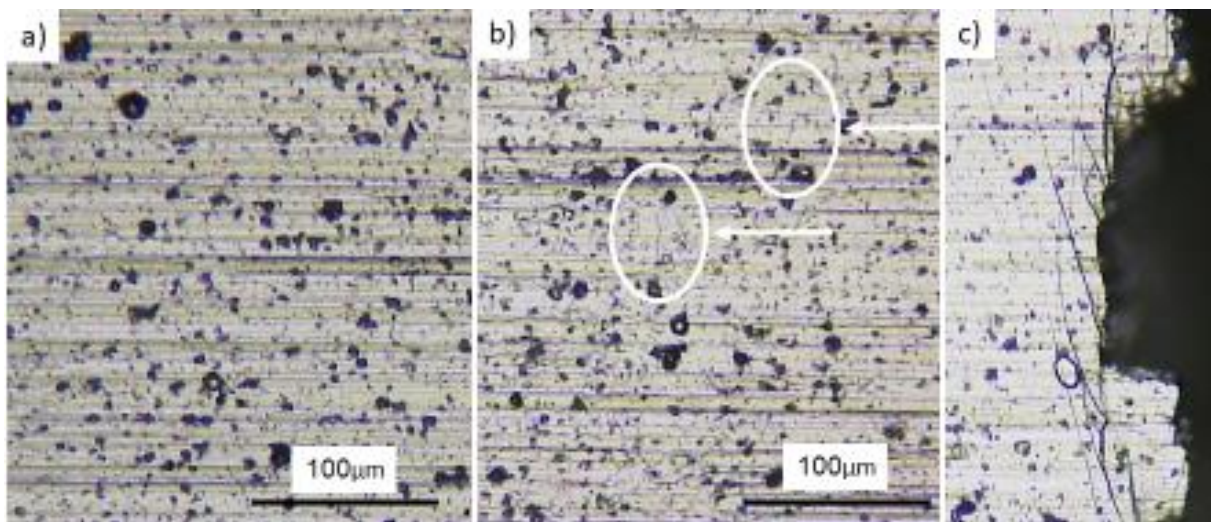


vorgestellt. Diese werden ins Verhältnis zu den Ergebnissen der Topographieanalyse der Schneckenstege gesetzt.

## 6.2 Schwingfestigkeitsuntersuchungen unter Biegebelastung

Die in den nachfolgenden Abschnitten untersuchten Festkörperkontaktbelastungen sind Resultat der Auslenkung der Extruderschnecke. Mögliche Ursachen werden in Abschnitt 3.5 diskutiert. Die Biegeuntersuchungen in diesem Abschnitt untersuchen die Auswirkungen der Auslenkung (Ermüdungsverhalten) auf das Substrat und die Beschichtung ohne Festkörperkontakt.

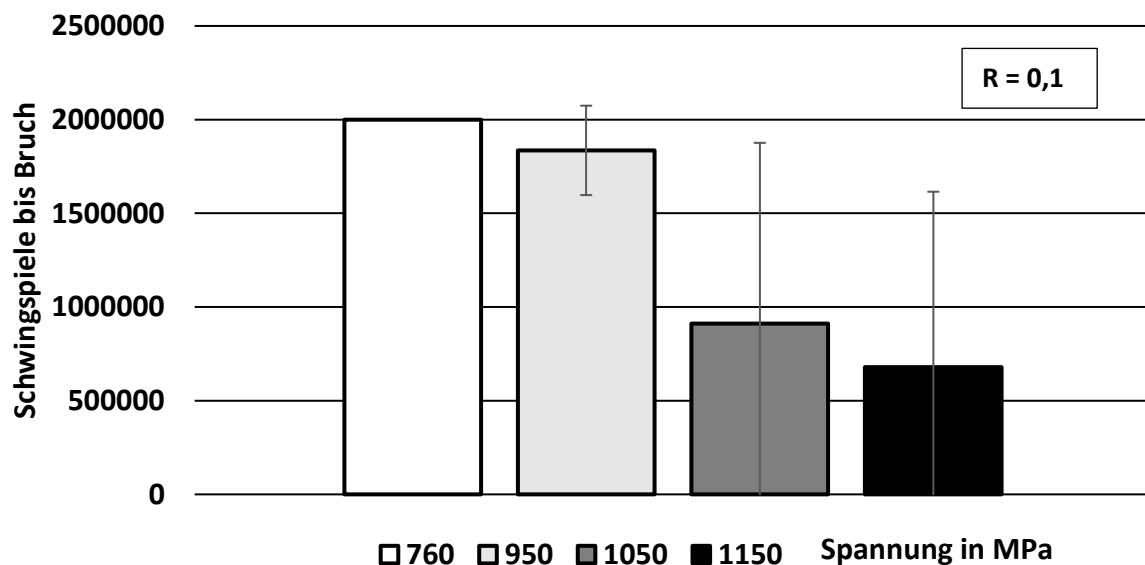
Zur Untersuchung der zyklischen Biegefestigkeit wurden Biegeproben aus dem charakterisierten Material 1.2379 hergestellt und vergütet. Die Probe wurde bei 1070°C gehärtet, bei 520°C vergütet (Anlassschaubild siehe Abbildung 5-3) und anschließend mit Chromnitrid beschichtet. Die Charakterisierung des Gefüges und der Beschichtung sind in Abschnitt 5.1 und Abschnitt 5.2 aufgeführt. Die Oberflächen der Proben wurden vor dem Beschichtungsprozess mit der Diamantschleifscheibe bearbeitet. Die Oberflächenrauigkeiten wurden in Abschnitt 6.3 vorgestellt.



**Abbildung 6-3:** Rissfortschritt an einer beschichteten Probe unter zyklischer Biegebelastung  
a) Unbelastet b) nach 35.000 Schwingspielen c) Bruch nach 53.000 Schwingspielen

Der Rissfortschritt wurde bei einer beschichteten Biegeprobe während eines Ermüdungsexperimentes zur Beobachtung der Rissentstehung analysiert. Es wurden Bilder der unbelasteten Probe, nach 35.000 Schwingspielen und nach dem Bruch erstellt. In Abbildung 6-3 a) ist die unbelastete Probenoberfläche abgebildet. Diese deckt sich mit der bereits in Abschnitt 5.2 beschriebenen Topographie. Nach 10.000 Schwingspielen wurde die Probe optisch überprüft und es konnten keine neuen Fehlstellen identifiziert werden. Nach 35.000 Schwingspielen wurde die Probe erneut untersucht, es wurden auf der Oberfläche Mikrorisse gefunden. Diese sind kürzer als 50 µm und verlaufen orthogonal zur angreifenden Kraft. Der Bruch erfolgte entlang der Mikrorisse transversal zur Probe. Der Multilayeraufbau der Beschichtung behindert das Risswachstum in die Tiefe. Ob der Riss bis auf das Substrat reicht, ist mit der CLSM Messung nicht zu detektieren. Die ersten Mikrorisse wurden nach 66%

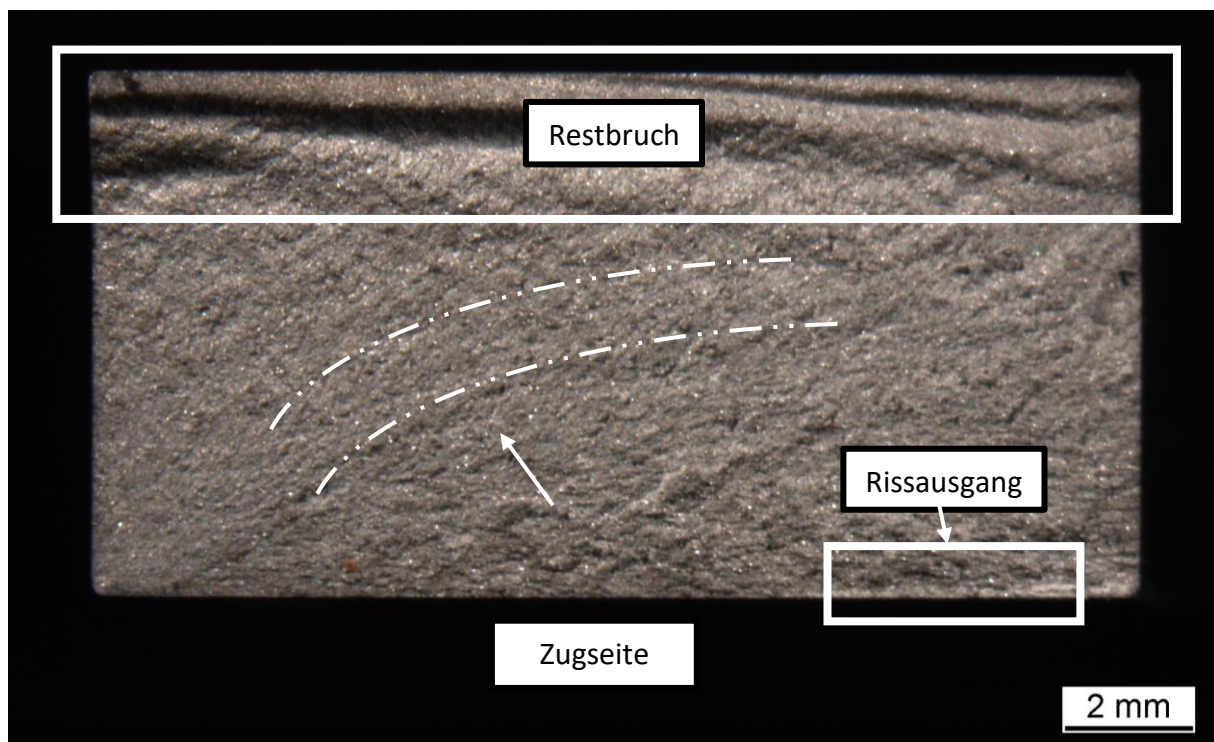
der Bruchschwingspielzahl gefunden, was sich mit der Literatur deckt. In der Bruchmechanik wird angegeben, dass ca. 70% bis 80% der ertragbaren Schwingspielzahl im Bereich des Mikrorisses liegen. Ab einer Risslänge von einem Millimeter wird von einem Makroriss gesprochen, der Anriss ist erfolgt. Ab diesem Punkt steigt die Rissfortschrittsgeschwindigkeit stark bis zum Bruch an, [118]. Als Rissursprung können auftretende lokale Spannungsmaxima durch Imperfektionen an der Schichtoberfläche wirken, wie beispielhaft im unteren markierten Kreis. Diese können z.B. durch Droplets an der Oberfläche verursacht werden. Möglicher Ausgangsort des unteren umkreisten Mikrorisses ist ein Dropletausbruch. Bei homogenen Topographien kommt es meist zu einem Anriss infolge einer heterogenen Gleitebenenverteilung und einer so auftretenden Kerbwirkung, [118].



**Abbildung 6-4:** Ergebnisse der Biegeversuche inkl. Standardabweichung von unbeschichteten 1.2379 Proben in vergütetem Zustand

Auf verschiedenen Lasthorizonten wurden unbeschichtete Proben aus 1.2379 getestet. Die Vergütung erfolgte bei 1070°C Austenitisierungstemperatur und bei 520°C Anlasstemperatur (Anlassschaubild siehe Abbildung 5-3). Die Ergebnisse sind in Abbildung 6-4 gezeigt. Auf der Abszisse wurde die induzierte Biegespannung in Megapascal aufgetragen. Auf der Ordinate befindet sich die ertragbare Schwingspielzahl bis Bruch. Ab einer Schwingspielzahl von  $2 \cdot 10^6$  Schwingungen wurde ein Versuch als dauerfester Durchläufer gewertet. Unter 750 MPa ertrugen die Proben mehr als  $2 \cdot 10^6$  Schwingungen und wurden als dauerfest gewertet. Bei einer Belastung von 950 MPa versagten die ersten Proben. Die ertragbare Schwingspielzahl fiel bei einer erneuten Erhöhung der Last weiter ab auf  $9 \cdot 10^5$  Schwingspiele. Wird die Last weiter erhöht, sinkt die ertragbare Schwingspielzahl weiter, jedoch nicht mehr signifikant. Die Standardabweichung nimmt stark zu. Die Streuung der Ergebnisse bei Lasterhöhung ist auf die ausgeprägte heterogene Struktur des Werkstoffes zurückzuführen. Dabei überlappen sich die Effekte der dendritischen Erstarrung und der karbidischen Sekundärhärtung. Durch die dendritische Primärkristallisation entstehen Bereiche mit vielen  $M_7C_3$  Chromkarbiden. Durch die Sekundärhärtung scheiden sich hauptsächlich  $M_{23}C_6$  Chromkarbide aus. Diese sind deutlich kleiner und in den dendritischen Erstarrungsbereichen verteilt. Dies ist in Abbildung

5-2 dargestellt. Bei ausscheidungshärtenden Stählen sitzen die Karbide inkohärent eingelagert auf den Korngrenzen, wobei es zu einer Mikrokerbwirkung und einer Spannungsspitze kommt, [114]. Dies begünstigt den Anriss, da die lokale Beanspruchung für das Mikrorisswachstum entscheidend ist. Ein weiterer Grund ist die heterogene Oberflächentopographie, welche sich fertigungsbedingt ergibt. Für Makrorisse kommen die Effekte der Rissschließung und der Auslenkung aus der Hauptrissgeometrie zum Tragen, [118, 119]. Kann der Makroriss ungehindert entlang der dendritischen Struktur wachsen und wird nur gering durch große Karbide ausgelenkt, ist der Rissfortschrittsgeschwindigkeit hoch. Trifft der Riss auf große primär kristallisierte  $M_7C_3$  Karbide, wird er aus der Hauptrissgeometrie ausgelenkt und verlangsamt. Eine Erhöhung der ertragbaren Schwingspielzahl ist die Folge, [119]. Die große Streuung bei höheren Belastungen ist mit diesen überlappenden Effekten zu erklären. Bei geringen Probenquerschnitten spielt die heterogene Ausscheidungsverteilung eine wichtige Rolle, da der Effekt eines lokalen Karbidmaxima oder Minima starken Einfluss hat. In der Betriebsfestigkeit steigt die Lebensdauer einer Welle nicht linear mit dessen Größe, da von einem Größeneinfluss ausgegangen wird. Dies beschreibt Imperfektionen im Werkstoff, die das Bauteil schwächen und statistisch häufiger in einem größeren Bauteil auftreten. In einer größeren Probe besteht die Möglichkeit, dass die Bereiche Dendrit und Karbidfeld sich häufiger abwechseln und in der Makrostruktur ausgeglicheneres Verhältnis herrscht. An einigen Proben wurde der Rissfortschritt zusätzlich anhand von Makroaufnahmen analysiert.



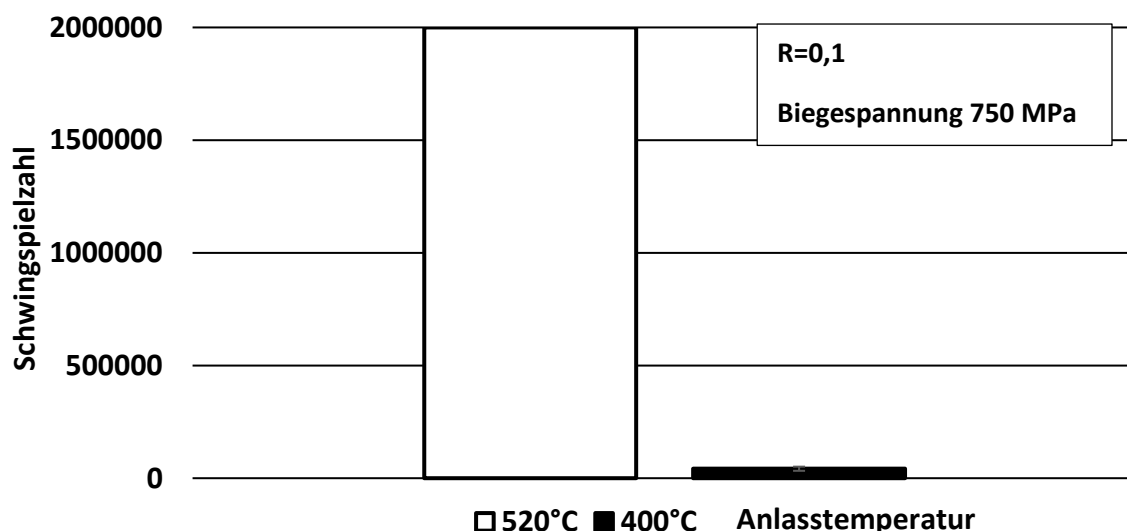
**Abbildung 6-5:** Makroaufnahme Bruchbild vergütete Anlasstemperatur 520°C Biegespannung 950 MPa

Auf Stadium I, den Anrissbereich kann durch Rückverfolgung der Rastlinien geschlossen werden. Diese sind konzentrisch um den Ort des Rissbeginns gelegen. In diesem Bereich entsteht der Mikroriss. Stadium II beschreibt das zyklische Makrorisswachstum nach dem Anriss. Sinkt die Belastung während der zyklischen Kraftinduzierung, kommt es zu einem Halt

des Risses. Es entstehen Rastlinien, diese sind mit einer Punkt-Strich-Linie in Abbildung 6-5 markiert. Durch Sekundärrisse kann es zu verschiedenen Orientierungen der Rastlinien kommen. In Abbildung 6-5 verlaufen die Rastlinien nahezu geradlinig bis Erreichen des halben Querschnittes. Das Stadium III, der spröde Restbruch mit starker Verformung ist deutlich zu erkennen. Die sehr geringe lokale Plastifizierung ist stark in wellenförmigen Strukturen ausgeprägt. Die Restbruchfläche nimmt mit steigender Belastung im Gegensatz zur Schwingbruchfläche zu und der Abstand der Rastlinien steigert sich. Der große prozentuale Anteil der Schwingbruchfläche zu der Gesamtfläche entspricht dem bekannten Schadensbild einer einseitigen Biegung bei geringer Nennspannung. Der lineare Verlauf des Überganges von Schwingbruchfläche zu Restbruchfläche lässt auf eine eng begrenzte Kerbwirkung schließen. Würden mehrere Anrissbereiche vorliegen, wäre dieser eingeschnürt, da die Rastlinien von mehreren Seiten auftreffen.

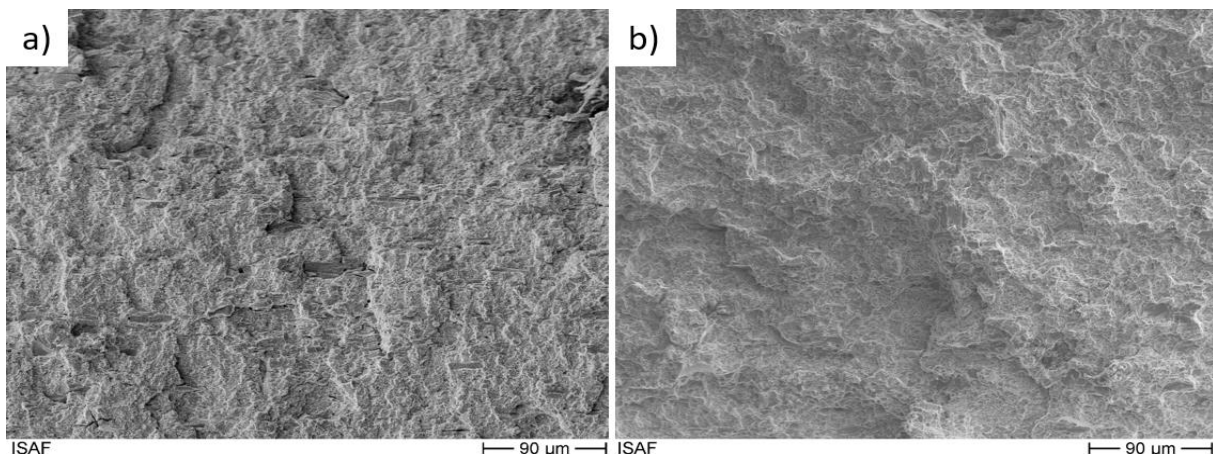
Um den Effekt der Sekundärhärtung auf das Bruchverhalten zu analysieren, wurden Vergütungszustände mit und ohne Sekundärhärtung verglichen. Beide Versuchsgruppen wurden bei 1070°C unter Schutzgas gehärtet, in Öl abgeschreckt und anschließend angelassen. Die eine Prüfgruppe wurde bei 520°C oberhalb der Ausscheidetemperatur, die andere bei 400°C unterhalb der Ausscheidetemperatur angelassen. Es wurden Härtemessungen zur Validierung der Wärmebehandlung vorgenommen. Die mit 520° angelassene Versuchsgruppe wurde mit 61 HRC gemessen, die mit 400°C angelassene Gruppe mit 56 HRC. Die Ergebnisse der metallographischen Untersuchung sind in Abbildung 5-2 dargestellt.

Beide Prüfgruppen wurden zyklisch belastet. Die Resonanzfrequenz von 47 Hz der beiden Prüfgruppen unterschied sich nicht. Die Prüfgruppen umfassten wie bei den vorherigen Schwingversuchen jeweils drei Proben pro Lasthorizont.



**Abbildung 6-6:** Einfluss der Sekundärhärtung auf die ertragbaren Schwingspielzahl des Werkstoffes 1.2379

Die sonderkarbidgehärteten Proben bestätigen das Ergebnis aus dem vorangegangenen Test und brechen nicht. Alle drei Proben ertragen  $2 \cdot 10^6$  Schwingspiele. Es zeigte sich, dass die mit 400°C angelassenen Proben nach wenigen tausend Schwingungen versagten, die Standardabweichung ist marginal. Neben der Sonderkarbidhärtung kommt noch der Effekt des Restaustenitanteils zum Tragen. Während der hohen Temperaturen im Härteprozess löst sich im austenitischen Mischkristall ein hoher Anteil an Kohlenstoff, welcher durch das schnelle Abkühlen nicht diffundieren kann. Der so entstehende übersättigte Mischkristall liegt in einem metastabilen kubisch flächenzentrierten Raumgitter vor. Durch den geringeren Anteil an Energie, welche durch den thermischen Prozess zugeführt wird, klappt ein geringer Anteil an Austenit in das kubisch raumzentrierte Gefüge um. Wird die benötigte Aktivierungsenergie per mechanischer Belastung induziert, klappt das Gitter unter Belastung um. Äußere mechanische Belastung und innere werkstoffabhängige Belastung addieren sich, [112][120]. Durch die Addition wird die Rissfortschrittsgeschwindigkeit erhöht. Stadium III, der Restbruch, war bei beiden Versuchsgruppen gleichstark ausgeprägt. Zur näheren Analyse des Stadiums II wurden mittels Rasterelektronenmikroskopes die Bruchflächen untersucht, Abbildung 6-7. Beide Strukturen zeigen eine ähnliche Bruchfläche. Es wurden sowohl in Stadium III als auch Stadium II keine auffälligen Unterschiede festgestellt.



**Abbildung 6-7:** Vergleich Bruchbilder (Stadium II) des 1.2379 bei verschiedenen Anlasstemperaturen a) 400 °C Anlasstemperatur b) 520 °C Anlasstemperatur

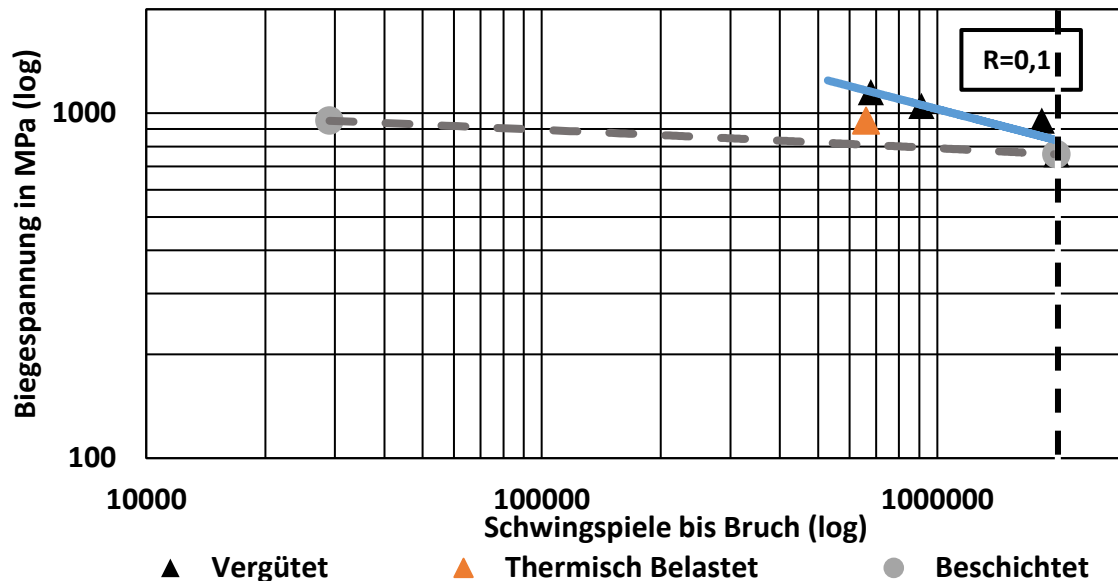
### 6.2.1 Kerbwirkungseinfluss der Beschichtung

Zur Untersuchung des Einflusses der industriellen Verschleißschutzbeschichtung werden die Proben zyklisch belastet und die Ergebnisse mit denen aus dem vorherigen Abschnitt verglichen. Die Erfahrungen aus der Literatur zeigen, dass harte Beschichtungen die Lebensdauer massiv senken, [121]. Wie groß dieser Einfluss im untersuchten Materialverbund ist, wird im Folgenden vorgestellt.

Um den Einfluss der Wärmebehandlung durch die Beschichtung und den Einfluss der eigentlichen Verbundschuttschicht zu trennen, wurde eine zweite Prüfgruppe einer Wärmebehandlung unterzogen. Die vorher vergüteten Proben wurden unter Schutzgas 10 Stunden bei 400°C geglüht und anschließend belastet. Die Ergebnisse wurden in Abbildung 6-8 dargestellt. Auf der Abszisse ist die Biegespannung in MPa aufgetragen, auf der Ordinate



ist die Schwingspielzahl logarithmisch bis Bruch aufgetragen. Schwarz gestrichelt eingetragen ist Dauerfestigkeitslinie. Blau wurde die logarithmische Regressionsgrade eingetragen. Es wurde auf einem Lasthorizont von 950 MPa geprüft. Die thermisch belasteten Proben versagten 400.000 Lastspiele früher, der Mittelwert ist als oranges Dreieck in Abbildung 6-8 vermerkt. Aufgrund der durch den Grundwerkstoff vorherrschenden großen Streuung, wird die Lebensdauerverkürzung durch den Wärmeeinfluss als gering angesehen. Die beschichteten Proben brachen alle im Bereich einer niedrigen fünfstelligen Anzahl an Schwingspielen.

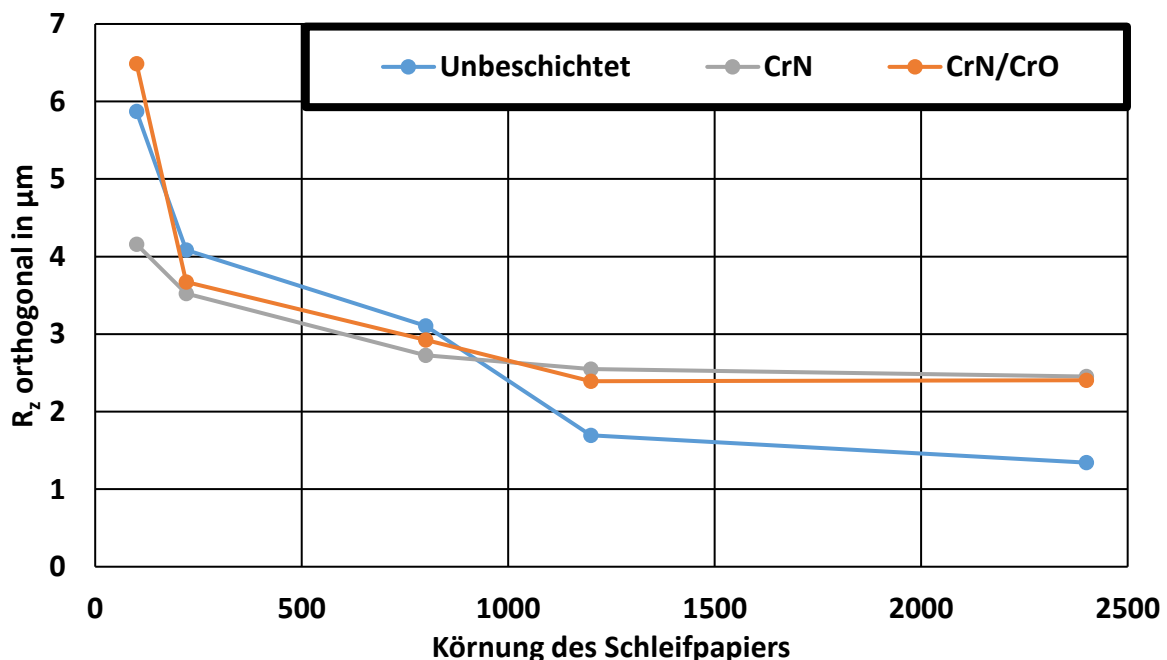


**Abbildung 6-8:** Auswertung Biegespannungswöhlerlinie des Werkstoffes 1.2379 mit  $R=0,1$

Die Verbundschuttschicht führt zu einer Kerbwirkung und einer erhöhten Mikrorisswachstumsgeschwindigkeit. Es resultiert ein Absinken der ertragbaren Schwingspielzahl. Durch die geringere Duktilität im Verhältnis zum Stahlsubstrat kommt es bei geringer Belastung zu einem früheren Anriss. Auch nimmt die Zahl der Oberflächenfehlstellen zu. Durch die vorrangegangene Analyse der industriellen Beschichtung wurde bereits dargelegt, dass diese infolge des Herstellungsverfahrens mit Droplets überzogen ist. Diese Krater erhöhen lokal die Beanspruchung. Im Bereich der Wellenlagerung und der Stege kann es bei Auslenkungen der Welle zu lokalen hohen Flächenpressungen kommen. Kantenausbrüche sind die Folge, welche durch die Verschleißschuttschicht begünstigt werden.

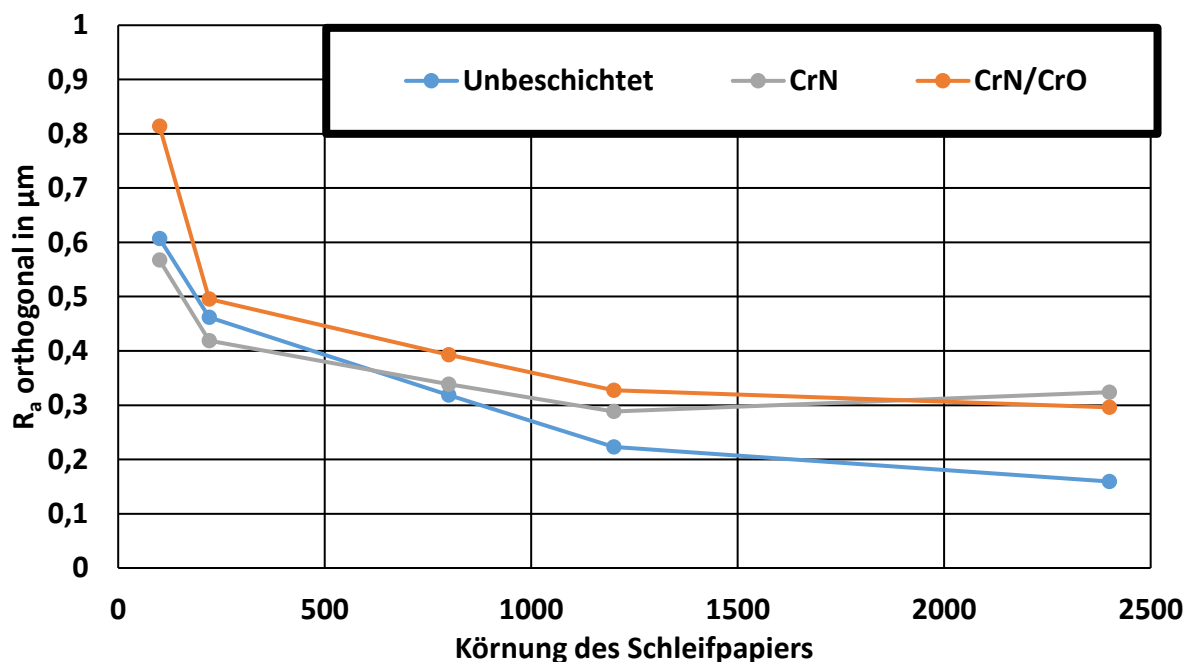
### 6.3 Einfluss der Beschichtung auf die Oberflächenrauigkeit

Die Oberflächen unbeschichteter Proben sind unterschiedlich präpariert worden. Es wurden Proben mit vier unterschiedlichen Schleifpapieren bearbeitet und eine fünfte Probengruppe mit einer Flächenschleifmaschine. Die auf  $\text{SiO}_2$  Basis verwendeten Schleifpapiere haben eine Körnung von 220, 800, 1200 und 2400. Die Flächenschleifmaschine ist mit einer Diamantschleifscheibe ausgestattet, welche ein R-Wert von  $4\text{ }\mu\text{m}$  besitzt und in der weiteren Untersuchung mit einer Körnung von 100 angegeben wird. Genutzt wurde das in 4.4 vorgestellte CLSM der Firma Keyence. Gemessen wurde  $90^\circ$  zur Schleifrichtung, vor und nach der Beschichtung mit der vorgestellten Chromnitridbeschichtung. Als Parameter werden die gemittelte Rautiefe  $R_z$  und der Mittenrauswert  $R_a$  angegeben. Die Ergebnisse für  $R_z$  sind in Abbildung 6-9 dargestellt, dabei wurde auf der Ordinate der gemessene Wert für  $R_z$  aufgetragen und auf der Abszisse die Körnung des Schleifpapiers. Eingetragen wurden die Messergebnisse im beschichteten und unbeschichteten Zustand. Die Diamantschleifscheibe erzeugt die höchste Rauigkeit, durch den Einsatz der 220er Körnung lässt sich die Rauigkeit stark verringern. Die Nutzung von einer 2400er Körnung erzielt im Vergleich zu einer 1200er Körnung nur noch geringere Verbesserungen. Durch die Beschichtung wird die geringere Oberflächenrauigkeit vollständig nivelliert, der Einsatz von feineren Körnungen als der 1200er erzielt keinen Effekt. Die Beschichtung führt ab einem  $R_z$  von über  $3\text{ }\mu\text{m}$  im unbeschichteten Zustand, zu einer Senkung der  $R_z$  Werte im beschichteten Zustand. Es wurde beobachtet, dass dieser Effekt mit steigendem  $R_z$  Wert zunimmt. Es verringerte sich der gemessene  $R_z$  Wert der 800er Körnung um  $0,2\text{ }\mu\text{m}$  während der  $R_z$  Wert der Flächenschleifmaschine sich um  $2\text{ }\mu\text{m}$  verringerte. Ein sehr ähnliches Bild zeigt auch die CrN/CrO Beschichtung.



**Abbildung 6-9:** Oberflächenrauigkeitsparameter  $R_z$  (orthogonal) in Abhängigkeit ausgewählter Schleifmittel

Die Messergebnisse für den Mittenrauwert  $R_a$  sind in Abbildung 6-10 aufgeführt. Es wurde auf der Ordinate der gemessene Wert für  $R_a$  aufgetragen und auf der Abszisse die Körnung des Schleifpapiers. Die Flächenschleifscheibe zeigt mit 0,6 den höchsten Wert auf, durch die Nutzung der 800er Körnung lässt sich dieser Wert auf 0,3 halbieren. Durch die Nutzung des 2400er Schleifpapiers wird der  $R_a$ -Wert weiter auf 0,15 halbiert. Durch die Chromnitridbeschichtung wird der Effekt nivelliert. Die Körnungen 800er zeigt geringe Unterschiede im  $R_a$  Wert zwischen unbeschichteter und beschichteter Messung. Der Wert für  $R_a$  steigt von 0,22 auf 0,3 für die Körnung 1200er. Der Wert für  $R_a$  bei der Körnung 2400er verdoppelt sich von 0,15 auf über 0,3. Bei höheren  $R_a$  Werten ab 0,45 sinkt dieser Wert wieder ab, jedoch im Verhältnis geringer als bei den vorher untersuchten  $R_z$  Werten. Auch hier verhält sich die CrN/CrO Beschichtung sehr ähnlich, die gemessenen Werte für die Diamantscheibe weichen jedoch ab. Hier wurde ein stark erhöhter Wert für  $R_a$  gemessen.



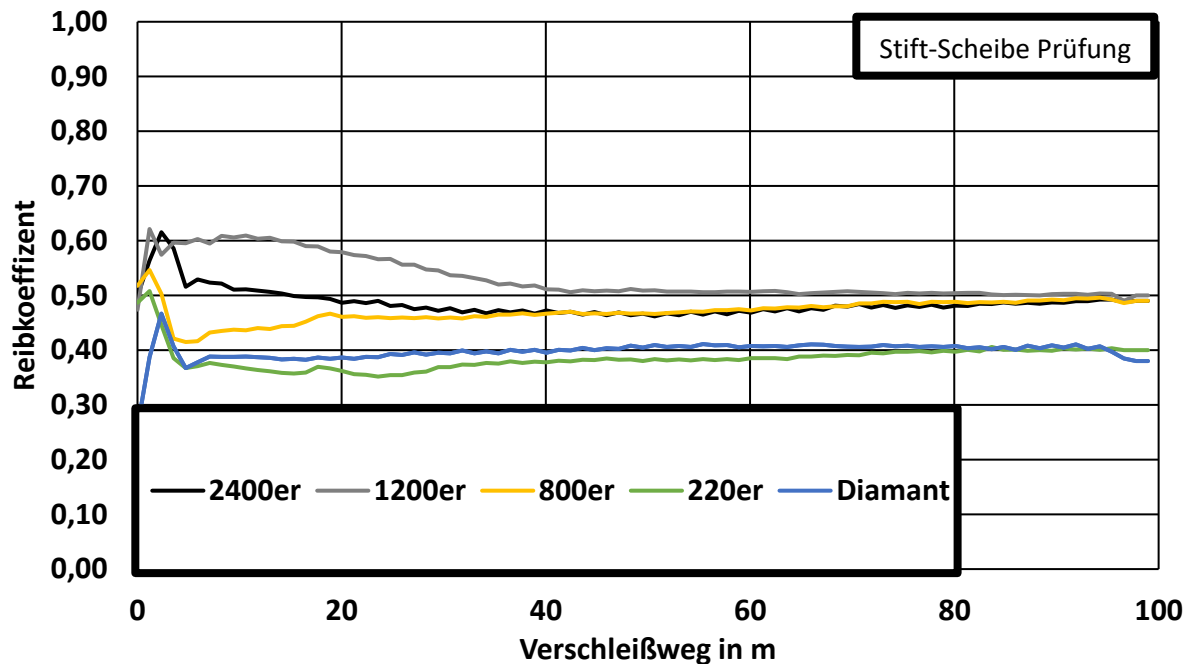
**Abbildung 6-10:** Oberflächenrauigkeitsparameter  $R_a$  (orthogonal) in Abhängigkeit ausgewählter Schleifmittel

In Abschnitt 6.1 werden die Schneckenstege von Extrusionsschnecken bezüglich der Oberflächenrauigkeit im beschichteten Zustand analysiert. Der Wert für  $R_z$  schwanken zwischen 4,5  $\mu\text{m}$  und 4,7  $\mu\text{m}$ .  $R_a$  liegt konstant bei einem Wert von 0,5  $\mu\text{m}$ . Diese Werte liegen zwischen den Werten der 220er Proben und denen der mittels Flächenschleifscheibe (100er) präparierten Proben.



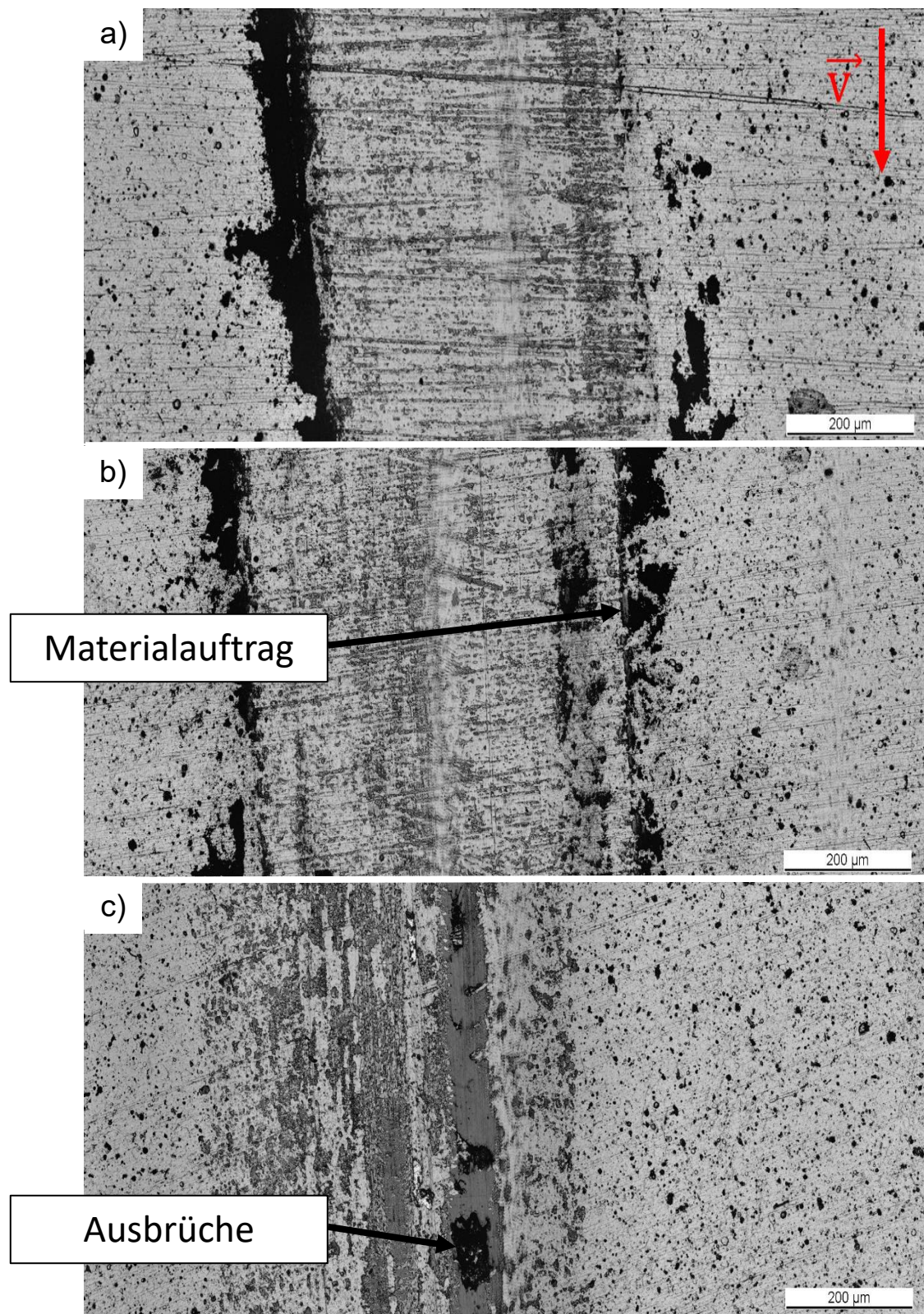
#### 6.4 Einfluss der Substratoberflächenrauigkeit auf das Verschleißverhalten am Beispiel der Chrom-Chromnitrid Beschichtung

Im folgenden Abschnitt wurden die verschiedenen Rauigkeitsstufen einer Stift-Scheibe Prüfung unterzogen. Der Reibwert wurde während der Untersuchung kontinuierlich aufgezeichnet. Der Materialabtrag wurde anschließend mittels CLSM gemessen.



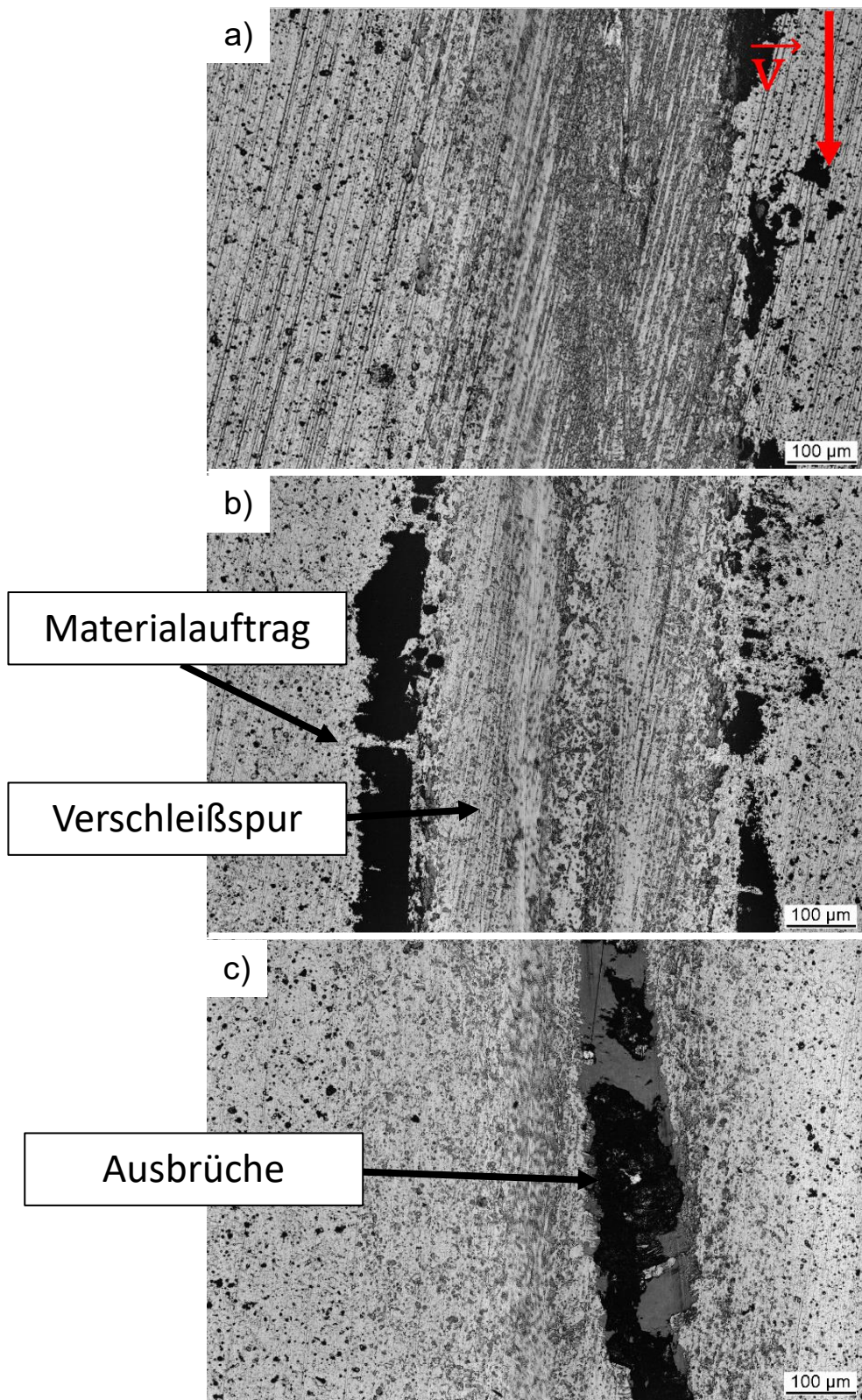
**Abbildung 6-11:** Reibwertanalyse CrN bei unterschiedlich eingestellten Rauigkeiten

Alle getesteten Proben zeigen ein ausgeprägtes Einlaufverhalten. Die Proben 2400er, 800er, 220er und Diamant sind nach ca. 10 Metern Verschleißweg eingelaufen und ein stationärer Reibwert stellt sich ein. Die 1200er Proben zeigen ein längeres Einlaufverhalten, dort stellt sich ein stationärer Reibwert erst nach 30 Metern ein. Die feiner geschliffenen Proben 2400er, 1200er und 800er zeigen einen stationären Reibwert von ca. 0,5. Die 800er Probe zeigt erst einen niedrigeren Reibwert von 0,42 auf, bis dieser über den Verschleißweg auf 0,5 ansteigt. Die gröber geschliffenen Proben 220er und Diamant zeigen ebenfalls ein Einlaufverhalten und anschließend einen stationären Reibwert von 0,4. Die 800er Körnung kann hierbei als Übergangspunkt zwischen niedrigem und hohem Reibwert gesehen werden.



**Abbildung 6-12:** Verschleißspur CrN (orthogonal) gegen Hartmetallstift bei Substratvorbehandlung a) 220er b) 800er c) 2400er Körnung

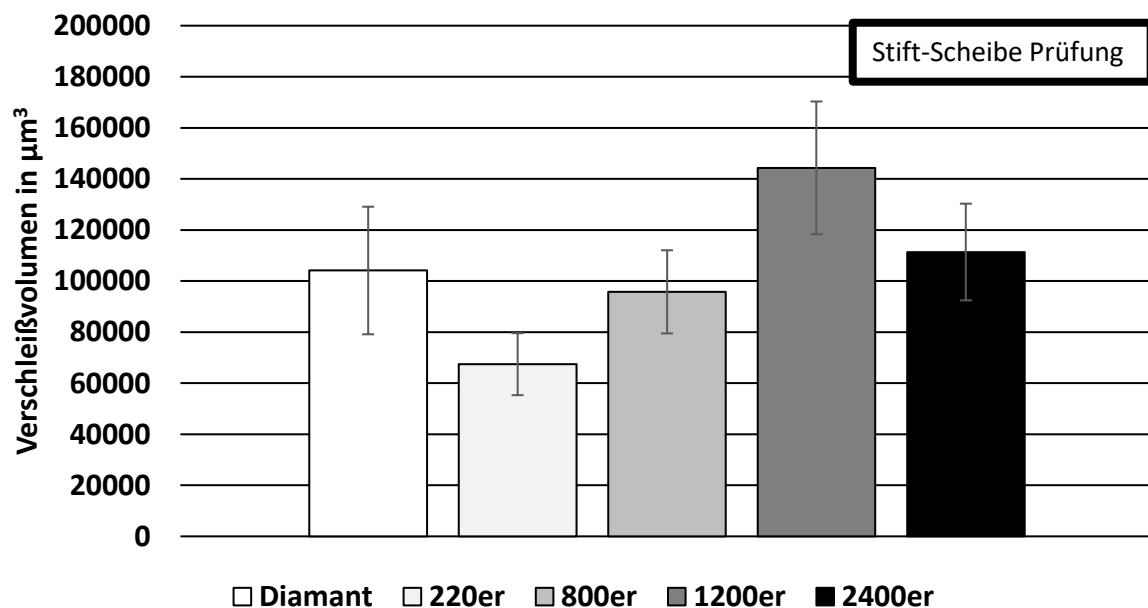




**Abbildung 6-13:** Verschleißspur CrN (parallel) gegen Hartmetallstift bei Substratvorbehandlung a) 220er b) 800er c) 2400er Körnung

Die Abbildung 6-12 zeigt die Körnungen 220er, 800er und 2400er am Messpunkt Schleifrichtung orthogonal zur Belastungsrichtung. In Teil a) ist die 220er Körnung dargestellt, die Schleifriefen sind deutlich zu erkennen. Links neben der Verschleißspur ist deutlicher

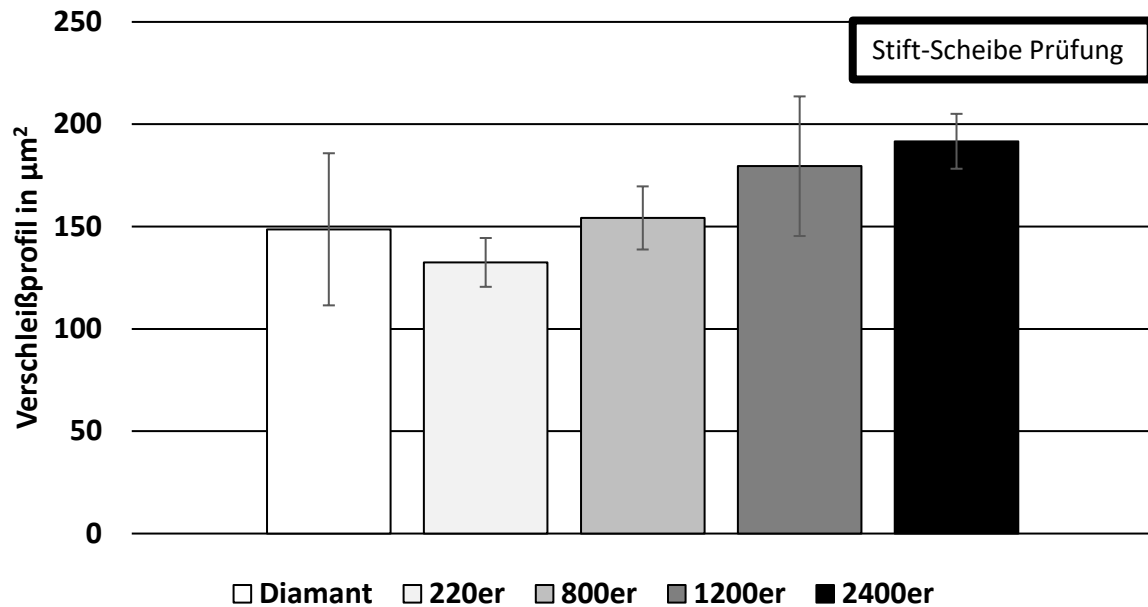
Materialauftrag zu erkennen. Die Riefen heben sich deutlich dunkel im Bereich der Verschleißspur hervor. Dies entsteht durch die Ausfüllung der Riefen durch Abrieb des Hartmetallstifts. In Teil b) ist die 800er Körnung dargestellt, auch hier ist die Verschleißrinne ausgeprägt. Der Materialauftrag ist an beiden Rändern zu erkennen, in der Mitte der Verschleißrinne sind deutlich mehr dunkle Stellen als im Vergleich zu der 220er Körnung. Die deutlich feineren Schleifriefen sind ebenfalls durch den Materialabtrag aufgefüllt. In Teil c) ist die 2400er Körnung abgebildet. An den Rändern der Verschleißspur ist kaum bzw. kein Abrieb des Stiftes erkennbar. Ebenfalls sind die Schleifriefen fast nicht zu erkennen. In der Mitte der Verschleißspur ist eine dunkle Verschleißspur zu erkennen. Im unteren Bildbereich ist deutlich ein großer Ausbruch zu erkennen, was durch das Höhenprofil bestätigt wird. Die Abbildung 6-13 zeigt die Körnungen 220er, 800er und 2400er am Messpunkt Schleifrichtung parallel zur Belastungsrichtung. In Teil a) ist die 220er Körnung dargestellt, neben den an den Rändern vorhandenen Materialaufträgen ist in der Mitte eine Abnutzung sichtbar. Die Schleifriefen sind deutlich zu erkennen, im Bereich der Belastungszone sind diese dunkel hervorgehoben. Dies ist auf Auffüllen der Riefen mit abgeriebenen Fragmenten aus dem Stift zu erklären. In Teil c) ist die 2400er Körnung dargestellt, diese zeigt Ausbrüche über große Bereiche im Bereich der Mitte der Verschleißrinne. Diese liegen im Bereich der zentralen Verschleißspur. Es sind keine Schleifriefen erkennbar. Hierbei ist im Vergleich der orthogonalen und der parallelen Aufnahmen festzustellen, dass die orthogonalen Schichten weniger defekte zeigen. Dieser Effekt nimmt mit der sinkenden Rauigkeit der feiner geschliffenen Proben ab.



**Abbildung 6-14:** Verschleißvolumen CrN in  $\mu\text{m}^3$  bei unterschiedlich eingestellten Rauigkeiten

In Abbildung 6-14 wurde das gemessene Verschleißvolumen aufgetragen. Die Nutzung der Diamantflächenscheibe führt zu einem erhöhten Abtrag. Im Höhenprofil waren Ausbrüche zu erkennen. Das geringste Verschleißvolumen zeigt die 220er Körnung. Das größte Verschleißvolumen zeigt die 1200er Körnung. Bei den Proben waren auf großflächige Ausbrüche detektiert worden. Die Standardabweichung ist bei allen Proben ähnlich. Die Unterschiede im Verschleißvolumen liegen bei fast 100%. In Abbildung 6-15 ist das

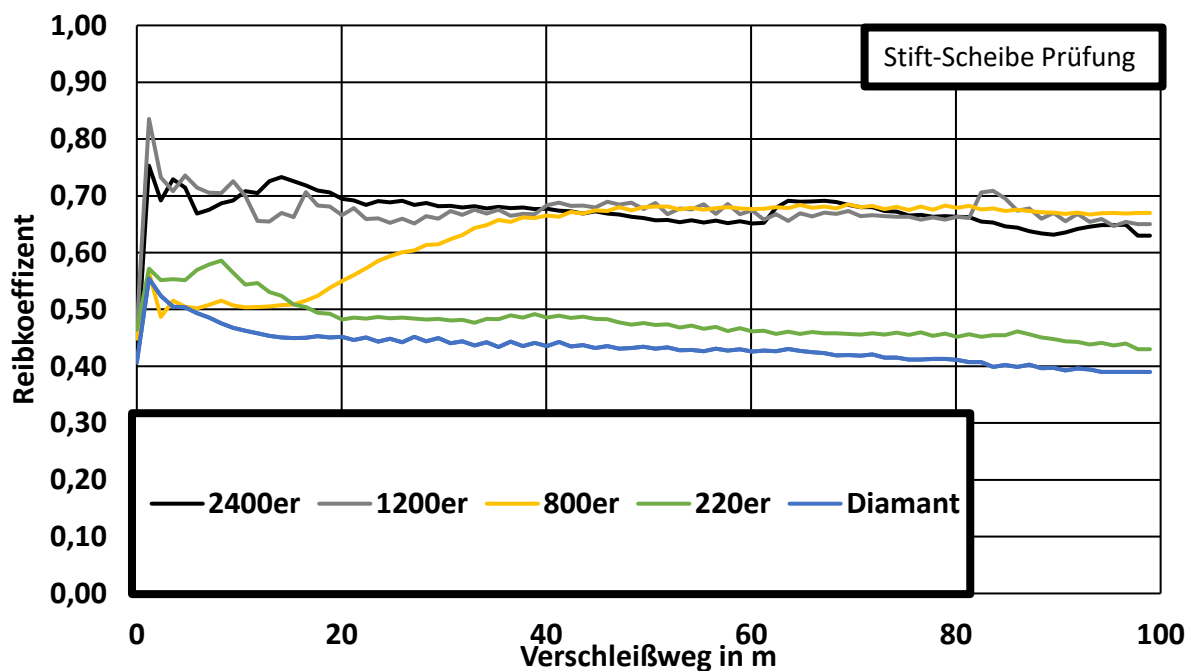
Verschleißprofil aufgetragen. Dieses zeigt ein Verschleißminimum bei einer Körnung von 220. Mit feinerer Körnung steigt das Verschleißprofil weiter an. Das Verschleißprofil der Diamantscheibe zeigt eine große Standardabweichung an, welche auf Messungen im Bereich von Ausbrüchen zurück zu führen ist.



**Abbildung 6-15:** Verschleißprofil CrN in  $\mu\text{m}^2$  bei unterschiedlich eingestellten Rauigkeiten

### 6.5 Einfluss der Substratoberflächenrauigkeit auf das Verschleißverhalten am Beispiel der Chrom-Chromnitrid-Chromoxid (CrN/CrO)

Im folgenden Abschnitt wurden die verschiedenen Rauigkeitsstufen mit einer  $\text{CrO}_x/\text{CrN}_x$  Beschichtung einem Verschleißtest unterzogen, welche in Abschnitt 5.3. Als Testverfahren wurde der in Abschnitt 4.2 vorgestellte Stift-Scheibe Test genutzt. Der Reibwert wurde während der Untersuchung kontinuierlich aufgezeichnet. Der Materialabtrag wurde anschließend mittels CLSM gemessen



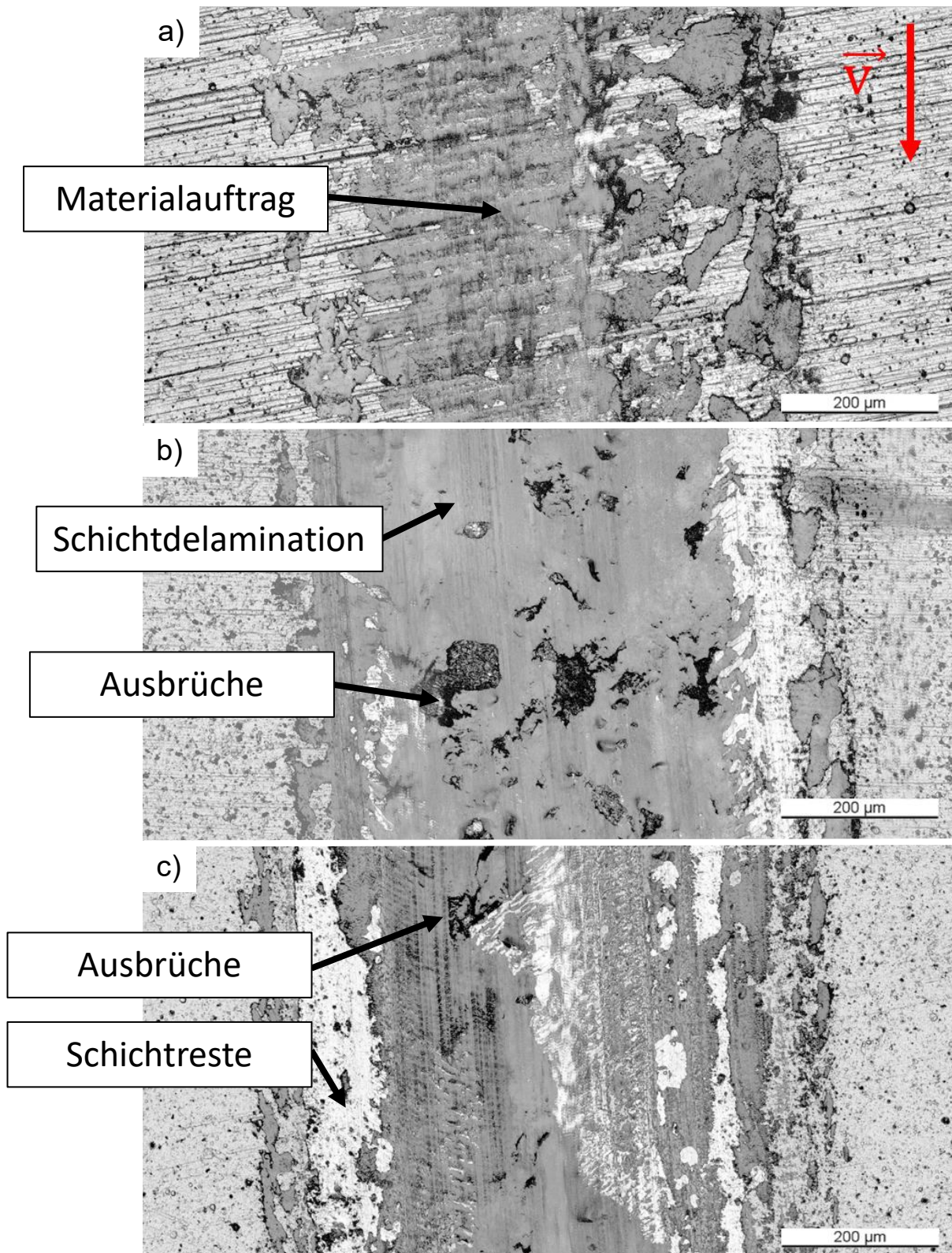
**Abbildung 6-16:** Reibwertanalyse CrN/CrO bei unterschiedlich eingestellten Rauigkeiten

Der Reibwert der getesteten Proben wurde in Abbildung 6-16 aufgetragen. Ein ausgeprägtes Einlaufverhalten ist erkennbar, die Dauer variiert nach Probengruppe. So ist das Einlaufverhalten der 2400er und 1200er Rauigkeit bereits nach weniger als 10 Metern abgeschlossen. Das der 220er und Diamant Prüfgruppe ist nach ca. 20 Metern abgeschlossen. Für die Prüfgruppe der 800er Proben stabilisiert sich der Reibwert erst bei 0,5 anschließend steigt dieser auf 0,7 und stabilisiert sich in nach 40 Metern Prüfung. Die Probengruppen 2400er und 1200er werden ebenfalls mit diesem Reibwert gemessen, dieser stellt sich jedoch bereits nach wenigen Metern ein und variiert nicht stark. Die 220er und Diamant Prüfgruppe zeigen Dauerhaft einen niedrigen Reibwert.

Ähnlich der großen Differenzen beim Reibwert, herrschen diese auch bei der optischen Oberflächenanalyse vor. In Abbildung 6-17 sind die Laseraufnahmen, welche mit dem CLSM erstellt wurden abgebildet. Im Höhenprofil ist deutlich der in a) markierte Materialauftrag zu erkennen. Die Schleifriefen sind gut sichtbar ausgeprägt, es wurde eine 220er Körnung verwendet. In den Bereichen mit Materialauftrag sind die Schleifriefen aufgefüllt und nur noch schemenhaft zu erkennen. Diese sind aber noch vorhanden. In Teil b) sind die Schleifriefen geringer ausgeprägt und im Bereich der Verschleißrinne nicht mehr existent. Das Höhenprofil zeigt hierbei, dass die Verschleißrinne klar ausgeprägt ist, ein Materialabtrag hat

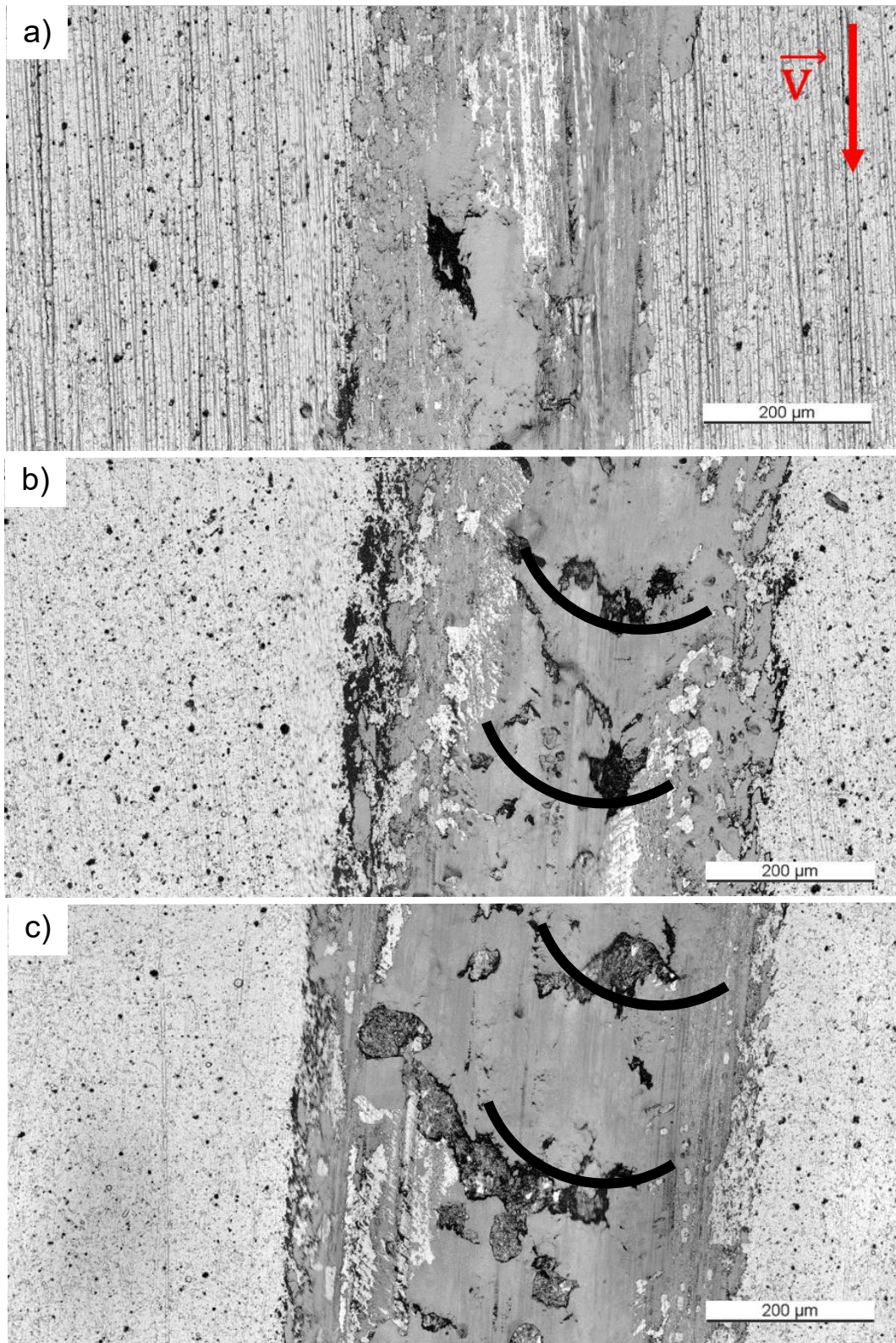


stattgefunden. Große Ausbrüche sind erkennbar. Auf der Probenoberfläche der 2400er Körnungen sind sowohl im unbelasteten als auch im Prüfbereich schleifriefen erkennbar. Das Höhenbild zeigt auch hier wieder eine ausgeprägte Verschleißrinne. Diese ist klar ausgeprägt, lokal sind jedoch noch Schichtreste vorhanden.



**Abbildung 6-17:** Verschleißspur CrN/CrO (orthogonal) gegen Hartmetallstift bei Substratvorbehandlung a) 220er b) 800er c) 2400er Körnung



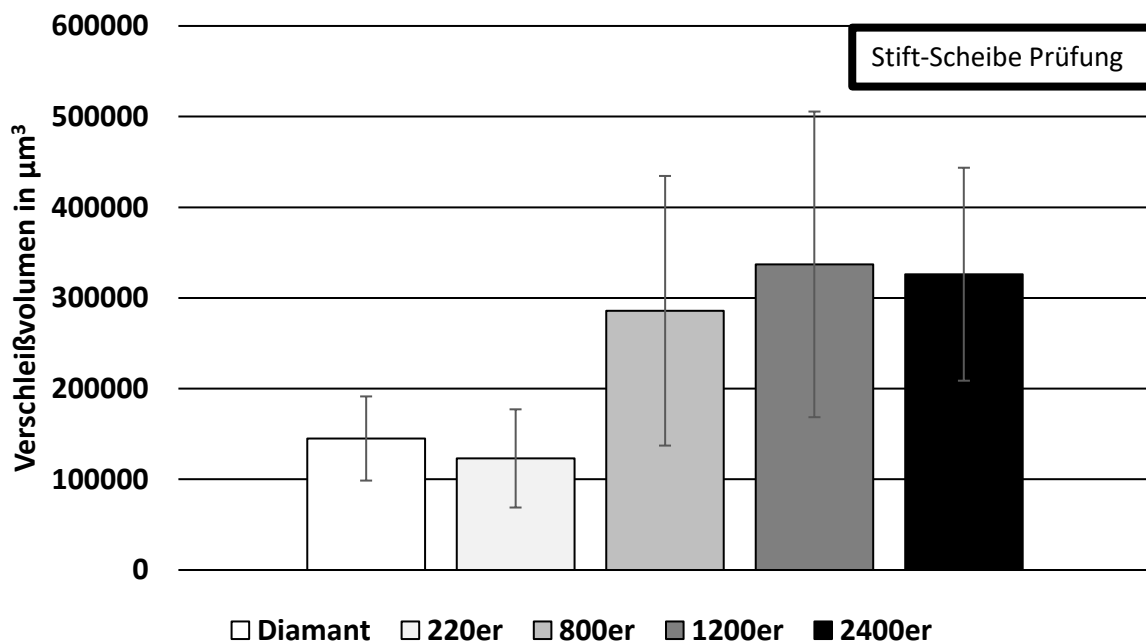


**Abbildung 6-18:** Verschleißspur CrN/CrO (parallel) gegen Hartmetallstift bei Substratvorbehandlung a) 220er b) 800er c) 2400er Körnung

In Abbildung 6-18 ist die Schleifrichtung parallel zur Belastungsrichtung. In Teil a) sind die Schleifriefen deutlich ausgeprägt, Materialauftrag ist zu erkennen. Ebenfalls sind kleine Ausbrüche vorhanden. Unter dem Materialauftrag ist Teilweise die CrN/CrO Beschichtung



erkennbar. In Teil b) ist sind die Schleifriefen nur noch schwach erkennbar. An den Rändern der Verschleißrinne sind Materialaufträge erkennbar. In der Verschleißrinne sind Stauchungen und Ausbrüche erkennbar. Die Materialaufträge an den Rändern können aus abgetragenen Schichtresten oder Gegenkörpermaterial bestehen. In Teil c) zeigt sich ein sehr ähnliches Bild, an den Rändern sind jedoch kaum Materialaufhäufungen vorhanden. Schichtreste können auch hier detektiert werden, ebenso wie Ausbrüche. Auffällig ist wellenartige auftreten der Ausbrüche, diese befinden sich agglomeriert auf einer Höhe, gefolgt von einem unzerstörten Bereich. Diese Wellen wurden in der Abbildung schwarz eingezeichnet. Auch hier festzustellen, dass die Schädigung, wie schon bei der untersuchten CrN Beschichtung in paralleler Richtung mehr Ausbrüche aufweisen, als in orthogonaler Richtung.

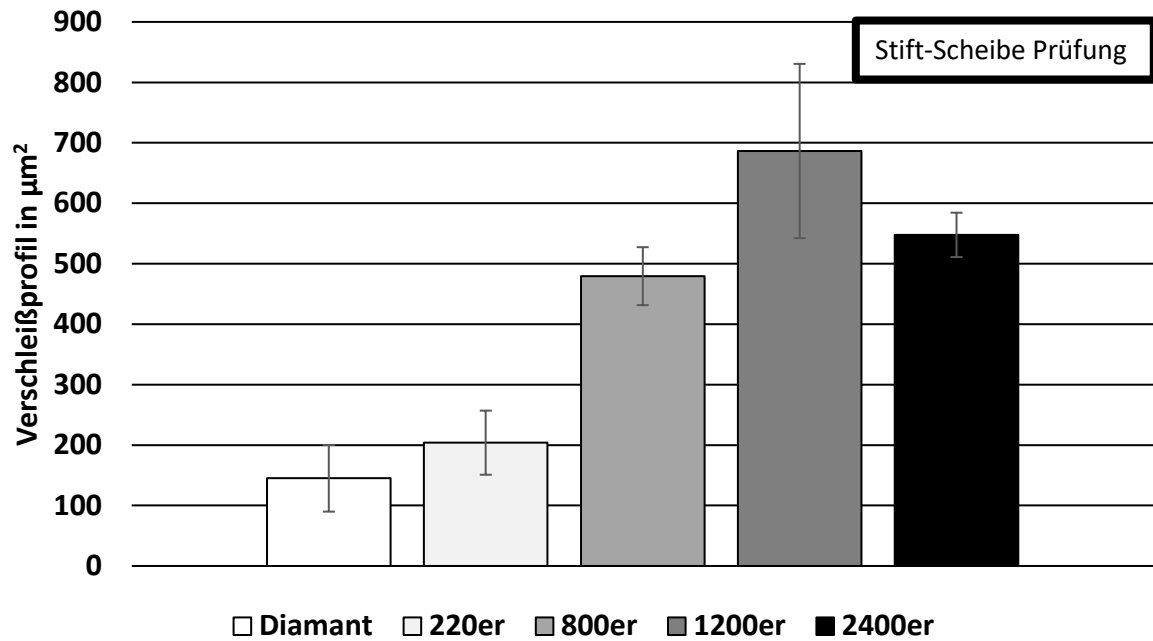


**Abbildung 6-19:** Verschleißvolumen CrN/CrO in  $\mu\text{m}^3$  bei unterschiedlich eingestellten Rauigkeiten

Das gemessene Verschleißvolumen ist in Abbildung 6-19 aufgetragen. Das Verschleißvolumen steigt mit der höheren Oberflächenrauigkeit an. Der Mittelwert steigt von ca  $125000 \mu\text{m}^3$  auf über  $300000 \mu\text{m}^3$  und korreliert dabei mit dem aufgezeichneten Reibwert. Ein höherer gemessener Reibwert ist bei der untersuchten Paarung ein Indiz für einen höheren Verschleiß der Beschichtung. Die große Streuung der Ergebnisse der feiner geschliffenen Proben ist auf die große Anzahl an Ausbrüchen zurück zu führen. Die Ausbrüche unterschieden sich in der Größe stark, wodurch auch das gemessene Volumen variiert. Das geringste Verschleißvolumen zeigte die 220er Beschichtung

Das gemessene Verschleißprofil ist in Abbildung 6-19 aufgetragen. Das geringste Verschleißprofil zeigt die Probengruppe Diamant, mit einem Wert von  $150 \mu\text{m}^2$ . Dieser Wert unterscheidet sich nur leicht von dem der 220er Prüfgruppe mit  $200 \mu\text{m}^2$ . Ein sprunghafter Anstieg erfolgt bei Sichtung der Ergebnisse der feiner polierten Proben. So zeigt die 800er Probengruppe einen Wert von  $475 \mu\text{m}^2$ , die 1200er Gruppe einen Wert von  $690 \mu\text{m}^2$  und die 2400er Gruppe einen Wert von  $550 \mu\text{m}^2$ . Die hohe Standardabweichung der 1200er

Probengruppe ist sehr tiefe Ausbrüche Zurückzuführen, die auch zu der hohen Standardabweichung in den Verschleißvolumenmessungen geführt haben. Die Ausbrüche der 800er und 2400er Probengruppe waren im Prüffeld homogener verteilt und weniger stark lokal ausgeprägt.



**Abbildung 6-20:** Verschleißprofil CrN/CrO in  $\mu\text{m}^2$  bei unterschiedlich eingestellten Rauigkeiten

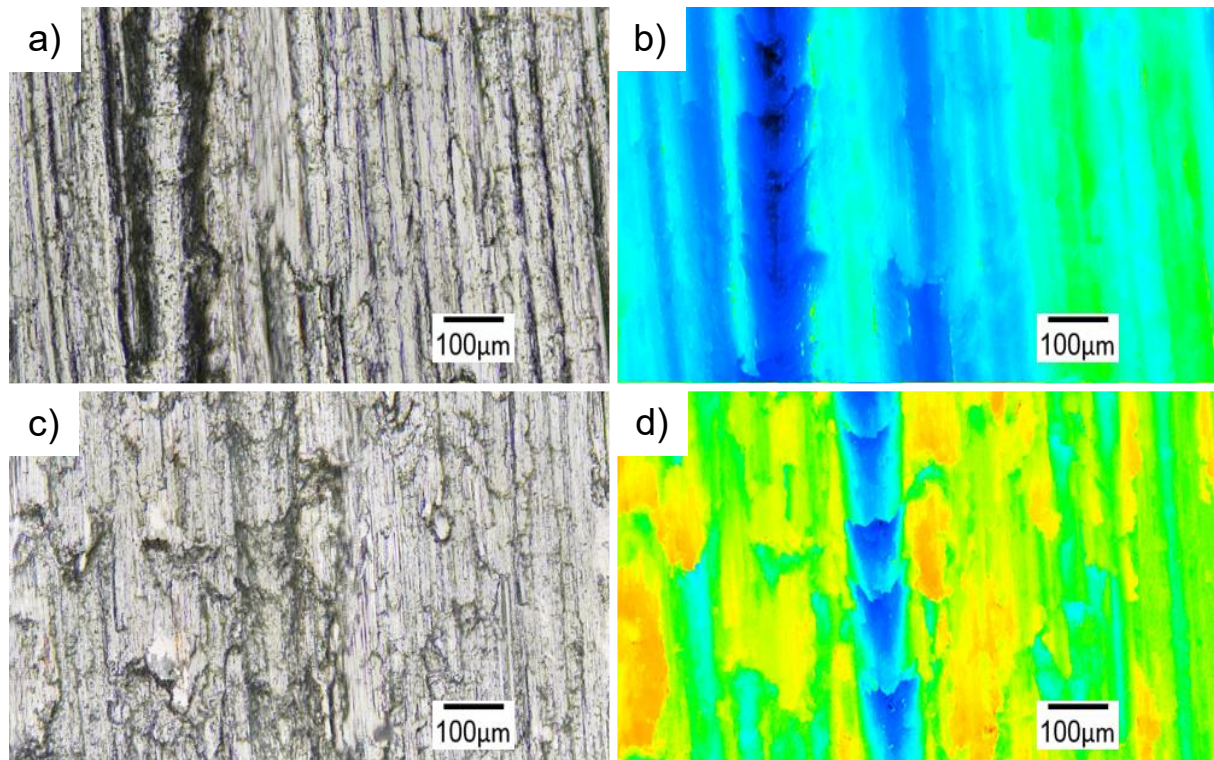
## 6.6 Einfluss Wärmebehandlung auf Schichthaftung bei monoelementarer Beschichtung

Durch thermische Energie werden Diffusions- und Auslagerungsprozesse in metastabilen Werkstoffen angeregt. Diese thermische Energie kann entweder durch vorherige Wärmebehandlung oder hohe Temperaturen während der Verwendung des Bauteils zugeführt werden. Es können sich Struktur und Bindungstypen innerhalb des Substrates verändern, was eine direkte Auswirkung auf die Anbindung der Beschichtung hat. Es soll untersucht werden, ob durch die Sekundärausscheidung während des Vergütungsprozesses die Schichthaftung an dem Schneckenwerkstoff 1.2379 beeinflusst wird.

Als Probensubstrat wurde der Werkstoff in lösungsgeglühtem und in vergütetem Zustand genutzt. Die vergüteten Proben wurden bei 1070°C gehärtet und bei 520°C gegläht. Anschließend wurde eine Titanbeschichtung auf den Proben appliziert. Während des PVD-Beschichtungsprozesses wurde eine maximale Temperatur von 80°C erreicht. Die vor und nach dem Beschichtungsprozess gemessene Substrathärte blieb unverändert. Um den Einfluss der mechanischen Verankerung zwischen Titanschicht und Substrat zu minimieren wurde die Proben vor dem Beschichten poliert. Die Proben wurden im Stift-Scheibe Test belastet, als Stift wurde ein 1.2379 Stift im lösungsgeglühten Zustand mit einem Durchmesser von 8 mm verwendet. Die Stiftspitze wurde mit einer Halbkugel versehen. Die Umfangsgeschwindigkeit betrug 10 mm/s und die Last lag bei 13 N. Beide Reibpaarungen zeigen zu Beginn einen erhöhten Reibwert von 0,6 bis 0,7. Die sich ausbildende Titanpassivierungsschicht ist mit Aufsetzen des Stahlstiftes durchdrungen. Die sich aus der Oberfläche lösenden Titanfragmente reagiert mit dem Stahlstift und der Substratoberfläche. Dadurch kommt es zu lokalen Mikroverschweißungen, welche unter Kraftzuführung aufgebrochen werden müssen. Es kommt zu Materialauftrag. Nach ca. 15 Minuten Testzeit sinkt der Reibwert auf einen stationären Wert von 0,4 bis 0,5. Dieses Verhalten ist identisch bei beiden Probengruppen zu erkennen. Während der Messungen wurden mehrere Peaks detektiert, Erklärungen für diese sind freigelegte Karbide oder in das Tribosystem eingezogene Titanschichtfragmente. Es konnte kein signifikanter Unterschied in den Reibwerten erkannt werden.

Die Verschleißspur wird in Abbildung 6-21 näher betrachtet. Auf der linken Seite sind die visuellen Aufnahmen der Probenoberfläche, auf der rechten Seite die CLSM-Laserbilder. Anhand des Laserbildes b) sieht man, dass die vergütete Probenoberfläche wenig zerfurcht ist. Es sind keine harten Höhenunterschiede vorhanden. Eine scharfe Verschleißscharte ist gut erkennbar. Diese ist homogen ausgeprägt. Das Oberflächenbild der lösungsgeglühten Proben zeigt ein anderes Bild. Die Verschleißscharte ist heterogen ausgeprägt. Das Material wurde nicht sauber abgetragen, sondern zeigt Quetschungen auf. Die restliche Oberfläche ist abweichend ausgeprägt. Es ist keine glatte Oberflächenstruktur vorhanden, sondern es sind deutliche Höhenunterschiede (gemessen 22 µm) im Laser- und Lichtbild (c,d) erkennbar. Die Oberfläche ist geschuppt. Diese Oberflächenausbildung ist typisch für adhäsiven Materialverschleiß, bei dem es sowohl bei Substrat als auch Gegenkörper zu Materialabtrag kommen kann. Dies kann auch eine Erklärung für das deutlich geringere Verschleißvolumen sein. Bei der vergüteten Probe wurden durch die Druckluft die Partikel aus der Verschleißrinne

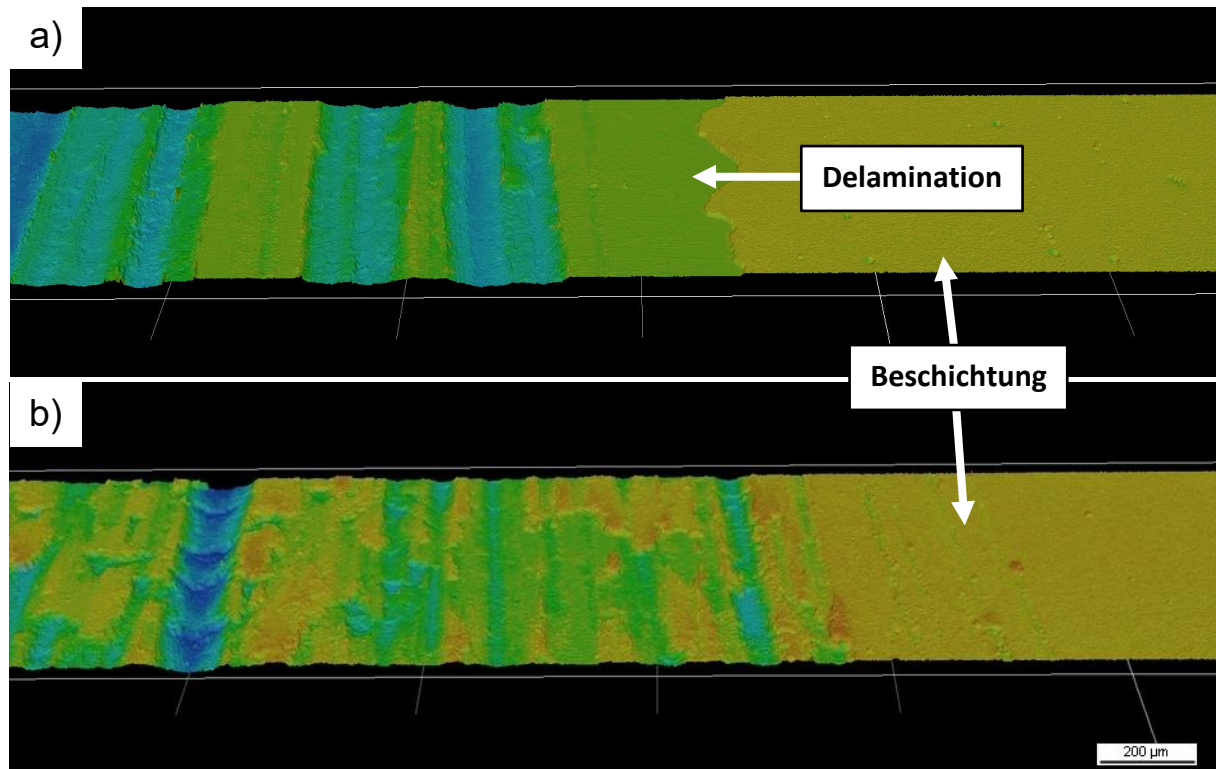
entfernt, wohin gegen die Partikel bei der Lösungsgeglühten Probe durch adhäsive Kräfte in der Verschleißrinne verblieben.



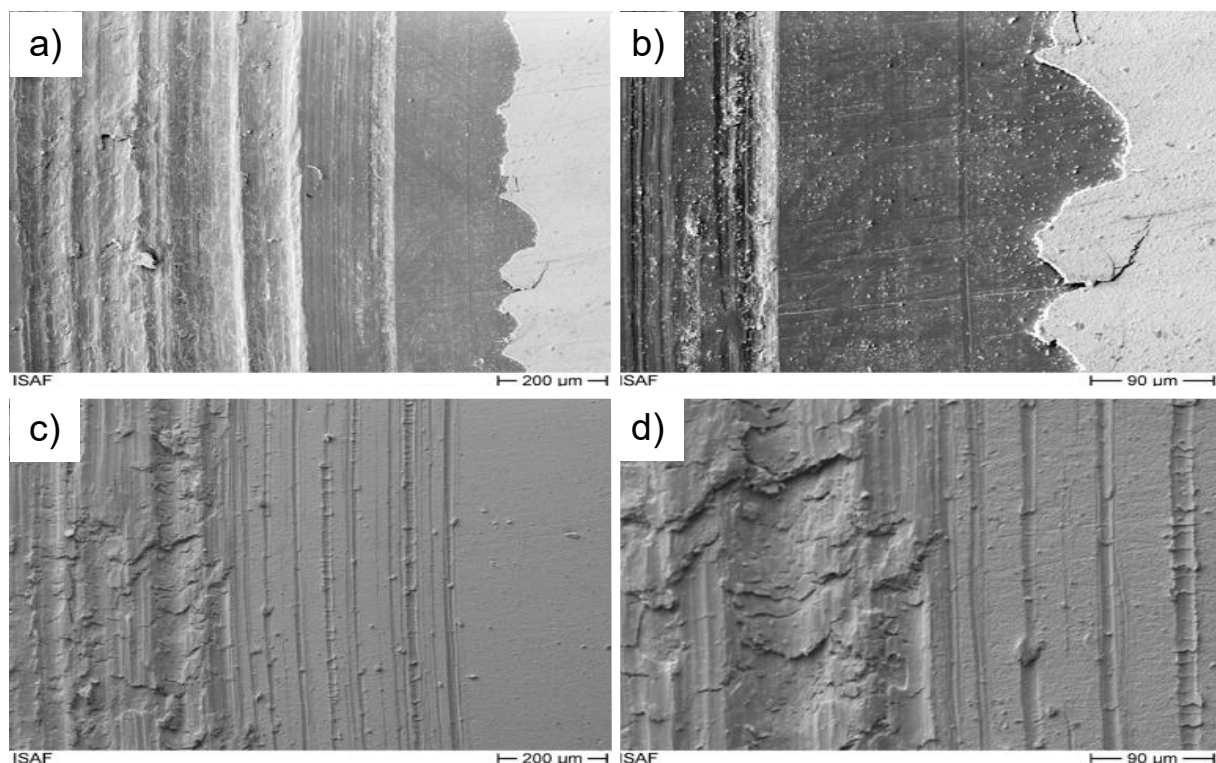
**Abbildung 6-21:** Vergleich Verschleißtopographie Stift-Scheibe a) b) vergütete Proben c) d) mit lösungsgeglühter Probe nach 50 Meter Verschleißweg

Neben der Verschleißrinne wurden auch die Verschleißränder untersucht, Abbildung 6-22. Dabei zeigt die lösungsgeglühte Probe, in Abbildung 6-22 b), einen zerklüfteten Übergang zwischen Verschleißweg und unbelasteter Beschichtung. Die Bewegungsrichtung des Stiftes auf der Oberfläche ist klar erkennbar, die Schicht ist vertikal gefurcht. Jedoch fand keine großflächige Delamination statt. Die Beschichtung ist teilweise zwischen den Riefen noch vorhanden. Dies lässt auf eine gute Anbindung der Titanschicht an das Substrat schließen. Auch kam es stellenweise zu Aufstauchungen der duktilen Titanschicht. In Abbildung 6-22 a) ist der Übergangsbereich einer vergüteten Probe zu sehen. Die Schicht ist im beanspruchten Bereich nicht mehr vorhanden. Eine komplette Delamination in der Randzone ist der Fall. Auch ist zwischen den Riefen im linken Bereich keine Titanschicht mehr vorhanden. Der Übergang zwischen Substrat und Schicht ist gezackt ausgebildet. Dies ist ein typisches Schadensbild für Ausbrüche. Eine mögliche Erklärung kann sein, dass die Kohäsionskräfte in der homogenen Titanschicht deutlich größer als die Adhäsionskräfte zwischen Substrat und Beschichtung sind, wodurch die Titanschicht wie eine Decke weitläufig abgehoben wurde. Die Verschleißufer wurden zusätzlich noch mittels REM Aufnahmen untersucht. In Abbildung 6-23 sind diese zusammengefasst. Bild a) und b) zeigen das Verschleißbild der vergüteten Probe. Die Oberfläche ist glatt, die Polierriefen sind gut erkennbar. Die Verschleißrinnen sind glatt. In Bild b) ist zu sehen, wie ein großes Titansegment vollständig delaminiert und nicht mehr mit dem

Substrat verbunden ist. In den REM Aufnahmen der lösungsgeglühten Probe c) und d) ist keine Delamination erkennbar.



**Abbildung 6-22:** a) Verschleißränder Stift-Scheibe nach 50m 1.2379 vergütet  
b) Verschleißränder Stift-Scheibe nach 50m 1.2379 lösungsgeglüht

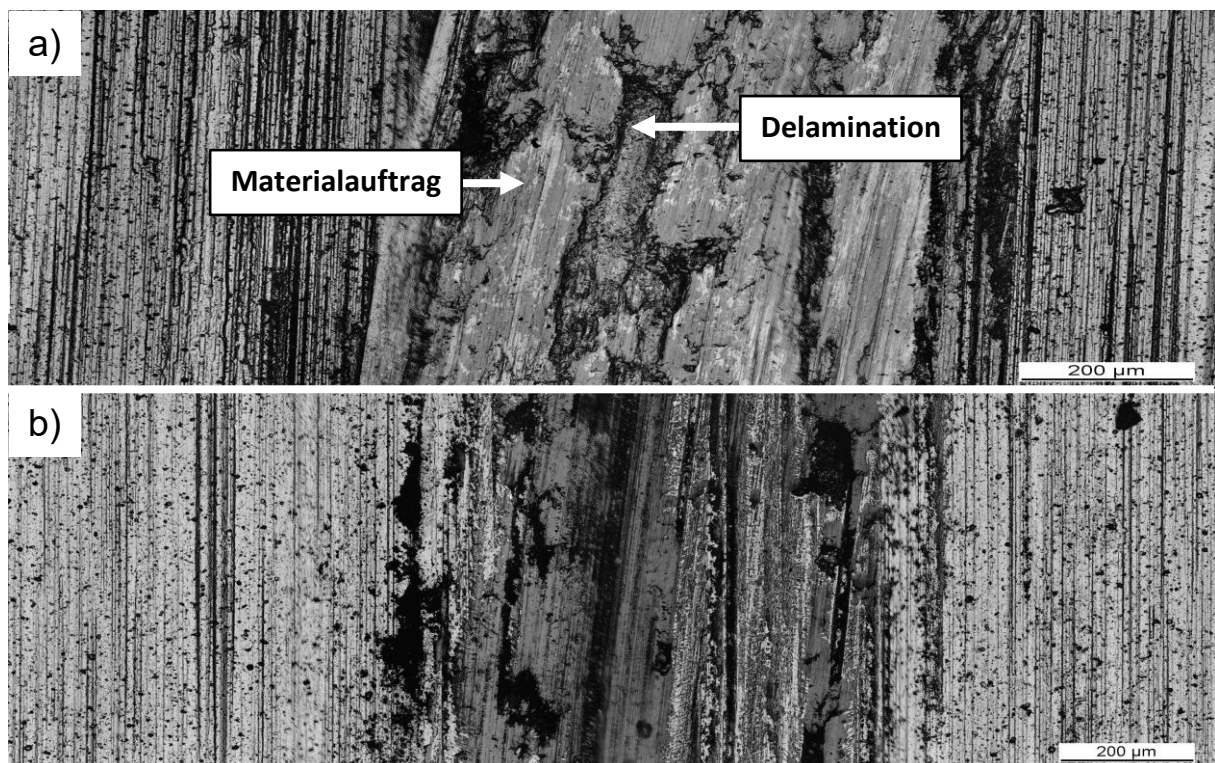


**Abbildung 6-23:** Rem Aufnahmen a) vergütete Probe b) vergütete Probe c) lösungsgeglühte Probe d) lösungsgeglühte Probe nach 50m Verschleißweg Stift-Scheibe



## 6.7 Kombinierte Untersuchung der Effekte

Die für eine Titanbeschichtung nachgewiesenen Unterschiede der Schichthaftung in Abhängigkeit des Wärmebehandlungszustandes des Substrates wird im Folgenden mit der in 5.2 vorgestellten Chrom-Chromnitrid Beschichtung untersucht. Die Proben wurden mit der bereits vorgestellten industriellen Hybridverschleißschutzschicht bedeckt. Das Substrat besteht aus 1.2379, Angelassen bei 400°C (56 HRC) und bei 520°C (62 HRC). Der Einfluss der Anlasstemperatur wird in 5.1 vorgestellt. Die Umfangsgeschwindigkeit beträgt 60 mm/s und die Prüfkraft liegt bei 50 N. Der Verschleißweg beträgt 50 Metern durchgeführt. Die Probenoberfläche wurde mittels der vorgestellten Diamantscheibe bearbeitet.



**Abbildung 6-24:** CLSM-Laserbild nach 50m Verschleißweg Stift-Scheibe, orthogonale Belastungsvektor zu Oberflächenbearbeitungsvektor a) bei 400°C vergütete Probe b) bei 520°C vergütete Probe

In paralleler Belastungsrichtung weisen beide Verbundschichten lokale Imperfektionen auf. Delaminierte Bereiche und Schleifriefen sind sichtbar. Die mit 400°C angelassene Probe zeigt großflächige Fehlstellen in der Verschleißrinne auf. Die sonderkarbidgehärtete Probe zeigt deutlich weniger Fehlstellen auf. Die Beschichtungsdefekte sind lokal begrenzt und erstrecken sich nicht über die gesamte Verschleißbreite. Beide Bereiche zeichnen sich als dunkle Stellen in der Beschichtung ab. An den Umrissen der dunklen Bereiche deuten sich Unterschiede an, welche nicht zur eindeutigen Klassifizierung ausreichen. Die Differenzierung zwischen Materialauftrag und Delamination ist ohne Sichtung des Höhenprofils unklar, wie in Abbildung 6-24 b) zu sehen. Bei der mit 400°C vergüteten Probe sind deutliche Riefen in Form in Belastungsrichtung erkennbar, welche jedoch nicht in der Beschichtung sitzen. Es kam zu einem Materialabtrag an dem verwendeten Hartmetallstift, es ist davon auszugehen, dass es

sich um den Kobaldbinder handelt. Die anschließend freiliegenden Karbide führen zu den zu Schleifspuren. Die sekundärgehärtete Probe zeigt in paralleler Richtung einen geringeren Materialauftrag, entsprechend sind auch die Schleifspuren in Belastungsrichtung weniger ausgeprägt. Der vorliegende Verschleißmechanismus ist nicht wie die Furchung auf der Oberfläche vermuten lässt abrasiver Verschleiß, sondern die Ausbrüche der Oberflächen sind ein Merkmal für adhäsiven Verschleiß. Dieser kann in Kombination mit einer möglichen Oberflächenzerrüttung gepaart sein, welche die Bindung zwischen Substrat und Haftvermittlerschicht verringert.

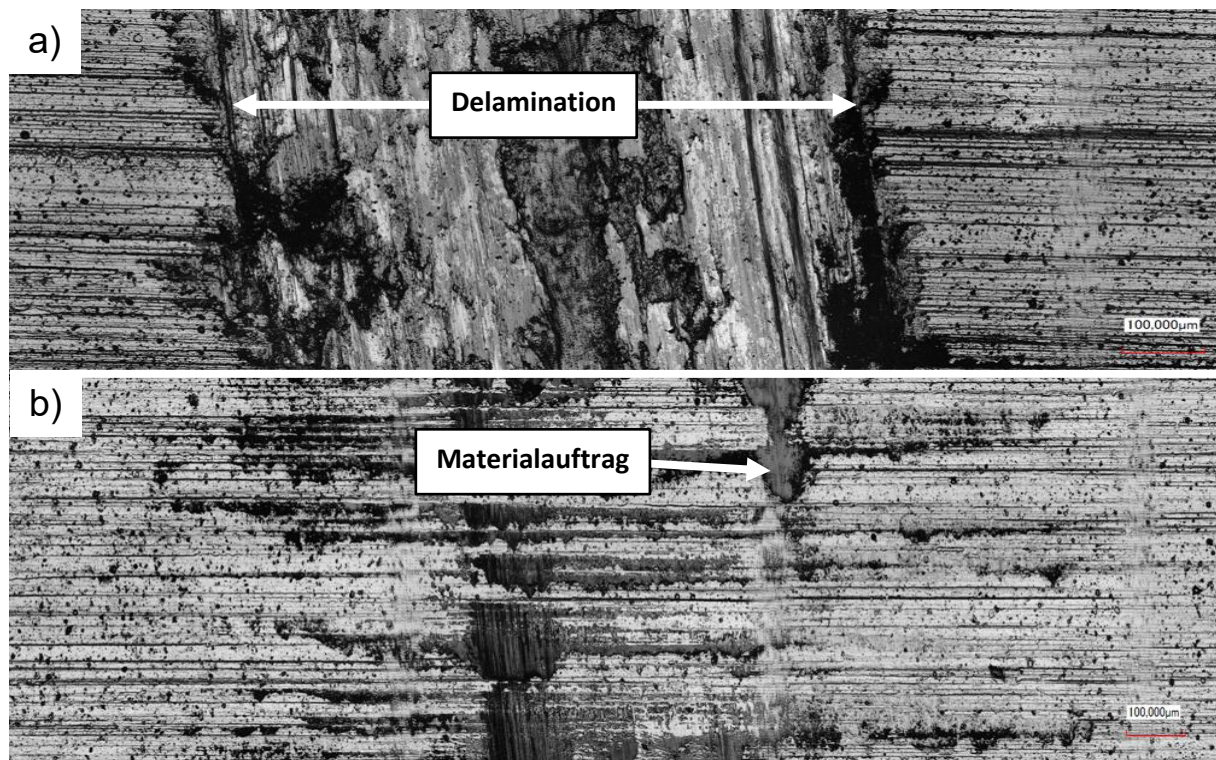


Abbildung 6-25: CLSM-Laserbild nach 50m Verschleißweg Stift-Scheibe, orthogonale Belastungsvektor zu Oberflächenbearbeitungsvektor a) bei 400°C vergütete Probe b) bei 520°C vergütete Probe

Das Verschleißbild der Chromnitridbeschichtung wird in Abbildung 6-25 dargestellt. Die bei 400°C angelassene Probe zeigt eine großflächige Delamination entlang der gesamten Verschleißrinne auf. Es sind vereinzelt Furchungen zu erkennen, welche auf einen abrasiven Verschleiß schließen lassen. Ein Großteil der Verschleißrinnenoberfläche zeigt schuppige Merkmale auf, welche auf einen primär adhäsiven Verschleiß schließen lassen. In der Mitte der Verschleißrinne sind Ausbrüche zu erkennen. Diese deuten auf eine Oberflächenzerrüttung hin, infolge derer zuerst Risse und anschließend Ausbrüche entstanden. Die Oberfläche der sekundärgehärteten Probe zeigt keine dieser Auffälligkeiten. Lokal sind Materialaufträge zu erkennen, in denen sich Schleifspuren plasmifiziert haben. Delamination, Ausbrüche oder abrasive Furchen sind in der Beschichtung nicht zu erkennen.

Der aufgezeichnete Reibungskoeffizientenverlauf deckt sich mit den ausgewerteten Laser- und Höhenbildern. Ein Einlaufverhalten ist die ersten 15 Meter erkennbar,



Abbildung 6-26. Der Wert der bei 400°C angelassenen Probe sinkt nach der Einlaufphase auf einen stationären Wert von 0,7 ab. Es ist davon auszugehen, dass bereits in der Einlaufphase eine großflächige Delamination entlang der Verschleißrinne stattgefunden hat, da der Reibwert sich nicht mehr verändert. Auch die bei 520°C angelassene Probe zeigt ein Einlaufverhalten. Dabei steigt der Reibwert erst geringer an und sinkt am Ende des Einlaufverhaltens stärker ab. Der Reibungskoeffizient pendelt sich bei einem stationären Wert von 0,5 ein. Es werden große Peaks ab einem Verschleißweg von 35 Metern detektiert. Diese können durch abplatzen der von Stücken der Verschleißschutzbeschichtung entstehen. Diese Fragmente befinden sich zwischen den Prüfkörpern und wandeln das Zweikörperverschleißsystem in ein Dreikörperverschleißsystem. Mit zunehmendem Verschleißweg nehmen die Peaks zu.

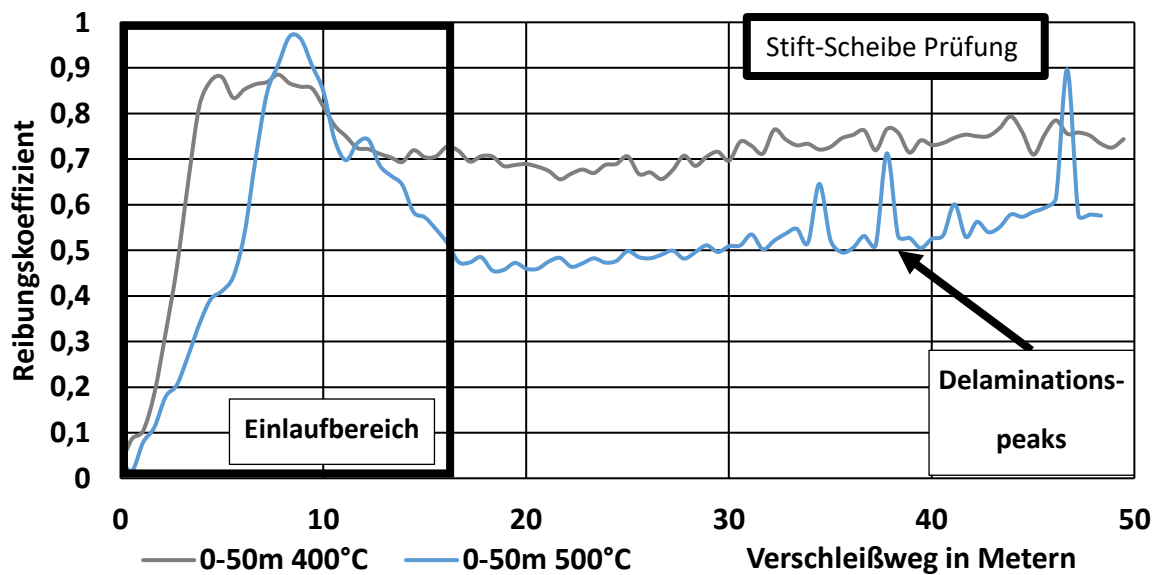


Abbildung 6-26: Reibwert Chromnitrid/WC Stift (60mm/s, 50N) Stift-Scheibe Prüfung

## 7. Extrapolation der Adhäsionsprüfungen

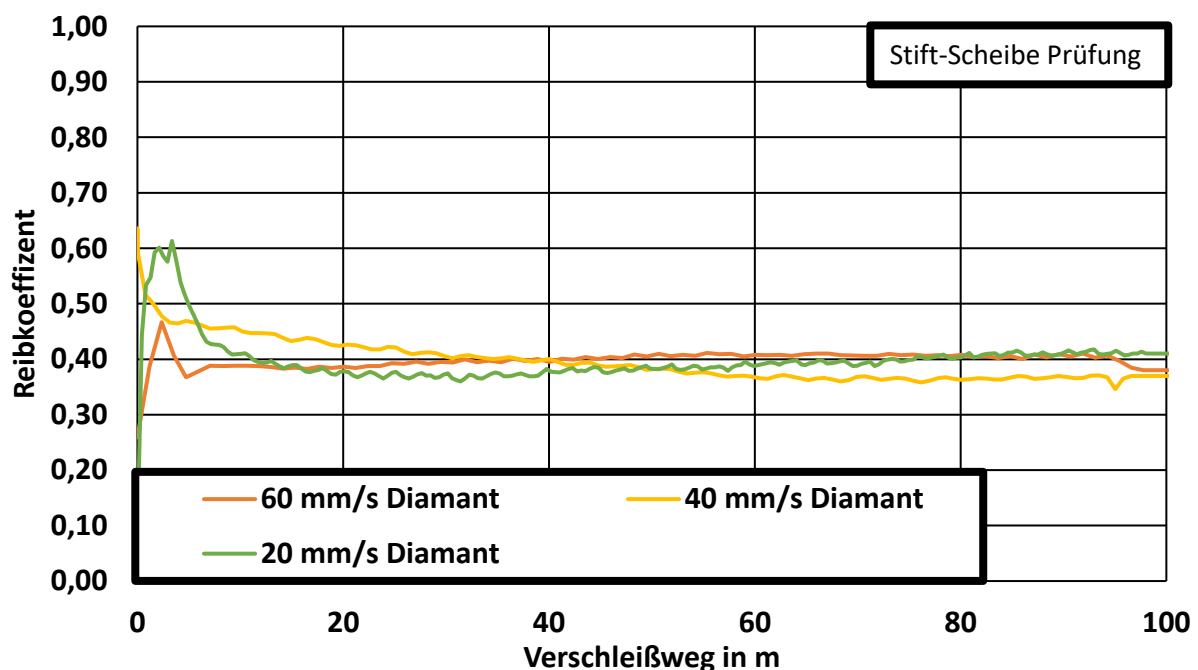
In diesem Kapitel werden die Verschleißergebnisse der Stift-Scheibe Prüfung und der Stift-Rolle Prüfung vorgestellt. Die Interpretation und die Diskussion der Ergebnisse und entsprechende Schlussfolgerungen werden in Abschnitt 8.2 durchgeführt.

### 7.1 Einfluss der Umfangsgeschwindigkeit bei der Stift-Scheibe Prüfung

Zu Beginn werden die Ergebnisse der Stift-Scheibe Prüfung ausgewertet. In der Literatur werden meist Prüfgeschwindigkeiten in einem Spektrum von 20 mm/s bis 60 mm/s verwendet, welches in dieser Stift-Scheibe Untersuchung abgedeckt wird. Alle Substrate wurden mittels der Diamantflächenschleifscheibe vor dem beschichten Präpariert. Die Ergebnisse umfassen wie bereits vorgestellt die Reibwerte, Oberflächenaufnahmen, Verschleißvolumen und Verschleißprofil.

#### 7.1.1 Chromnitrid (CrN)

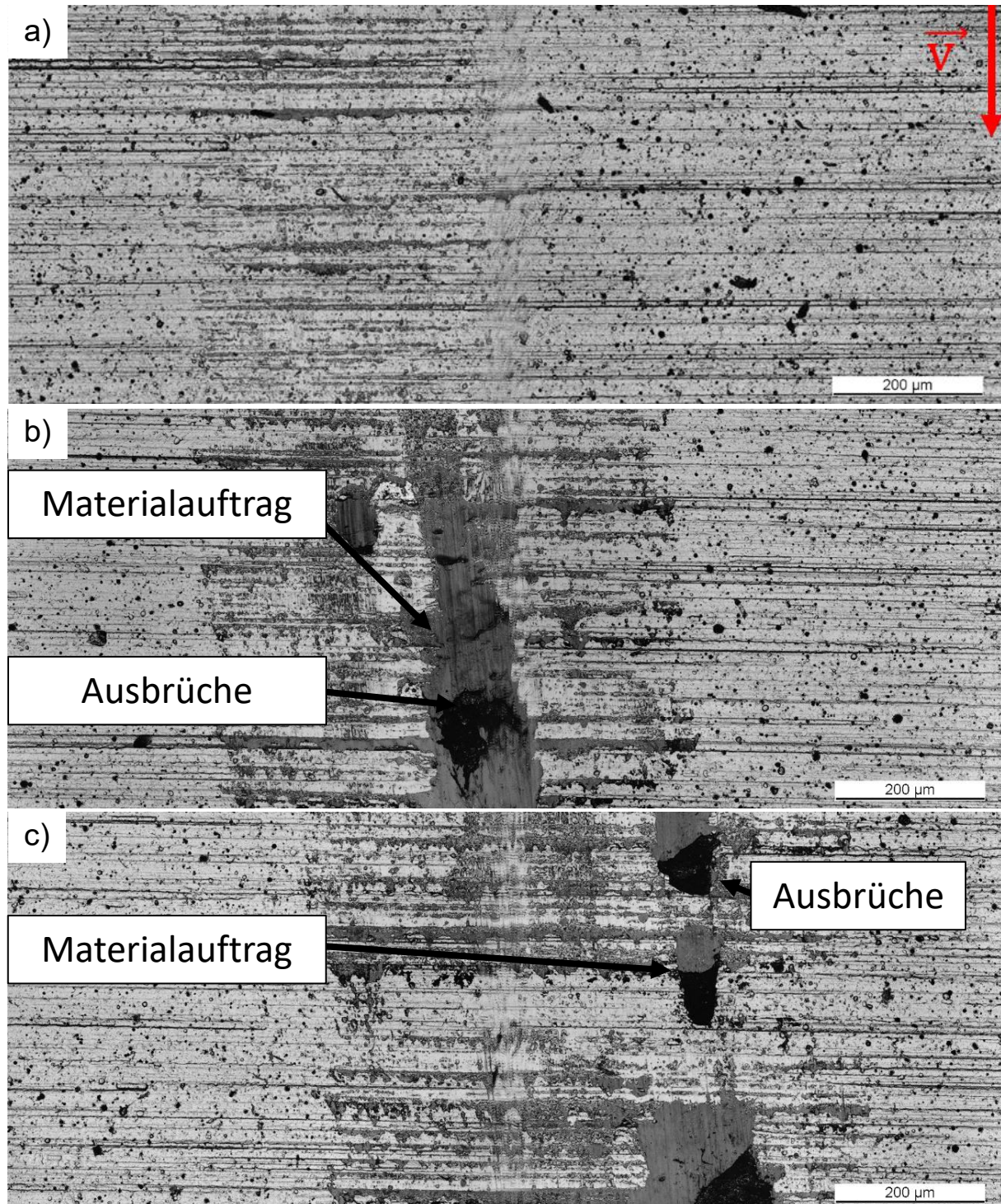
Es wurde die Chromnitridbeschichtung getestet. Die aufgezeichneten Reibwtergebnisse sind in Abbildung 7-1 dargestellt. Ein Einlaufverhalten wurde für alle Proben festgestellt. Die 20  $\frac{\text{mm}}{\text{s}}$  Proben beendeten das Einlaufverhalten nach 10 Metern Prüfweg, die 40  $\frac{\text{mm}}{\text{s}}$  Proben benötigten 20 Meter Prüfweg und die 60  $\frac{\text{mm}}{\text{s}}$  Proben benötigten 5 Meter Prüfweg. Bei allen Prüfgruppen stellte sich ein stationärer Reibwert ein, dieser liegt bei ca. 0,4.



**Abbildung 7-1:** Geschwindigkeitseinfluss auf Reibwert der Chromnitrid Beschichtung in Abhängigkeit des Verschleißweges

In den Oberflächenaufnahmen der Proben, Abbildung 7-2, sind die Schleifriefen bei allen drei Prüfgruppen gleichmäßig zu erkennen. Die Prüfgruppe 60  $\frac{\text{mm}}{\text{s}}$ , a), zeigt kaum

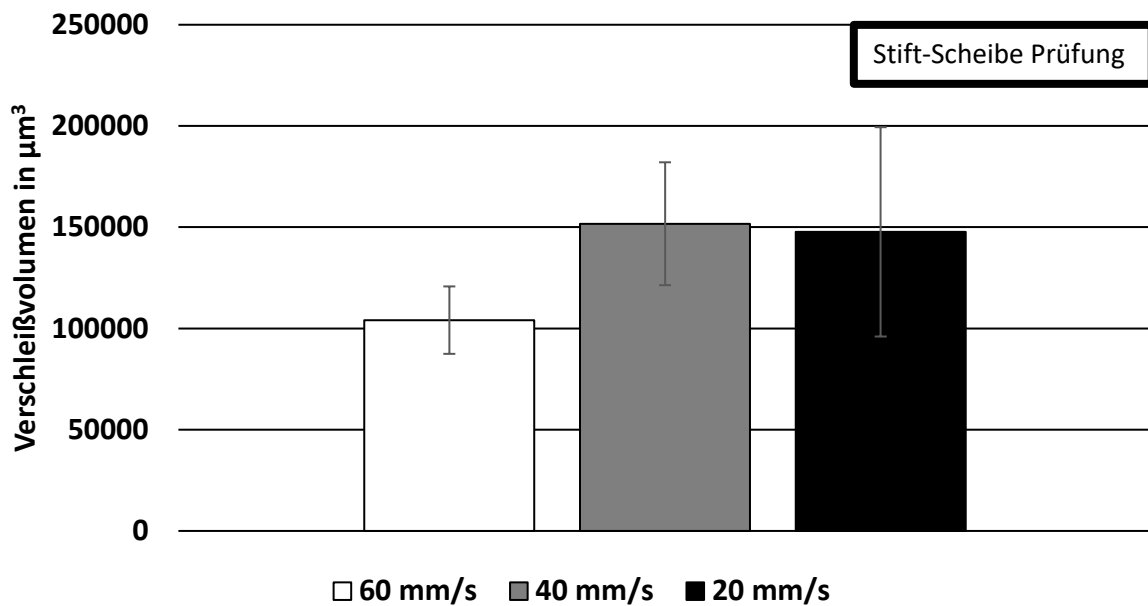
Verschleißerscheinungen. Der Bereich um die Verschleißrinne hebt sich dunkel ab, die Schleifriefen heben sich im Bereich der Verschleißrinne mit Materialabtrag gefüllt. Teil b) zeigt die Probe bei einer Prüfgeschwindigkeit von  $40 \frac{\text{mm}}{\text{s}}$ , die Verschleißrinne ist breiter ausgeprägt. Es sind sowohl Materialauftrag als auch Materialausbrüche sind zu erkennen, welche sehr nah beieinanderliegen. In Teil c) sind mehr ebenfalls Ausbrüche und Materialausbrüche erkennbar. Die Materialausbrüche liegen in einer Linie mit der Belastungsrichtung.



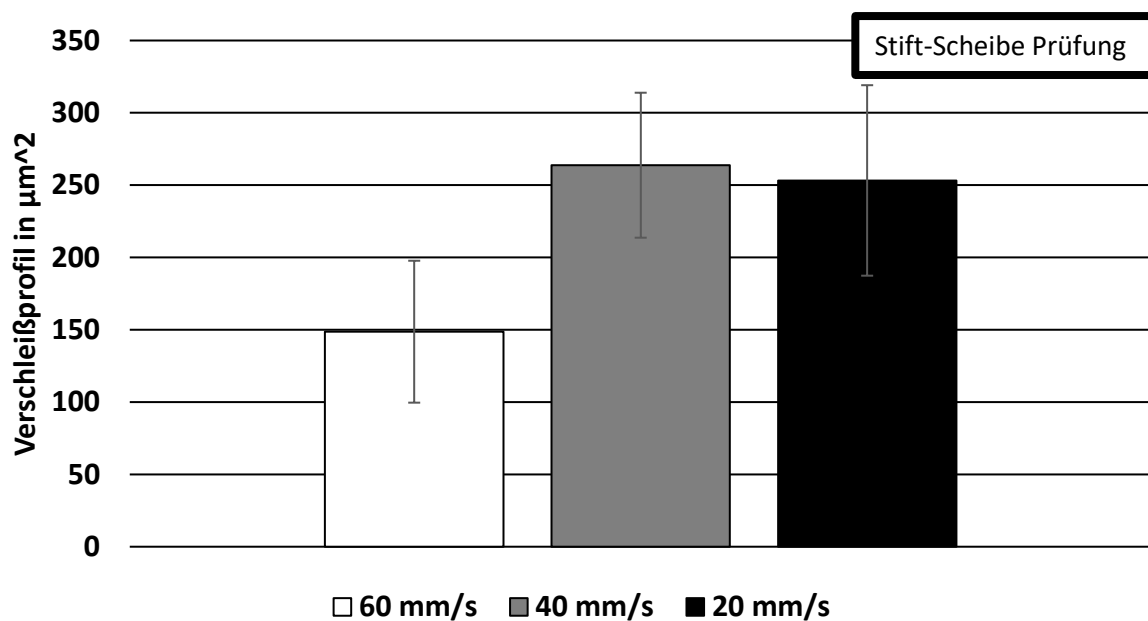
**Abbildung 7-2:** Verschleißspur Chromnitrid gegen Hartmetallstift, 50N Last, bei Umfangsgeschwindigkeitsvariierung a) 60 mm/s b) 40 mm/s c) 20 mm/s

Für die jeweiligen Prüfgeschwindigkeiten wurden das Verschleißvolumen und das Verschleißprofil ermittelt. Das Verschleißvolumen ist in

Abbildung 7-3 dargestellt. Die höchste Prüfgeschwindigkeit zeigt das geringste Verschleißvolumen. Durch Verringerung der Prüfgeschwindigkeit auf  $40 \frac{\text{mm}}{\text{s}}$  steigt das Verschleißvolumen um 50%. Eine weitere Senkung der Geschwindigkeit führt zu keiner weiteren Erhöhung des Verschleißvolumens, der mittlere Betrag bleibt konstant. Bei den beiden getesteten niedrigeren Prüfgeschwindigkeiten wurde eine höhere Standardabweichung festgestellt.



**Abbildung 7-3:** Verschleißvolumen Chromnitrid in Abhängigkeit der Geschwindigkeit im Stift-Scheibe Test



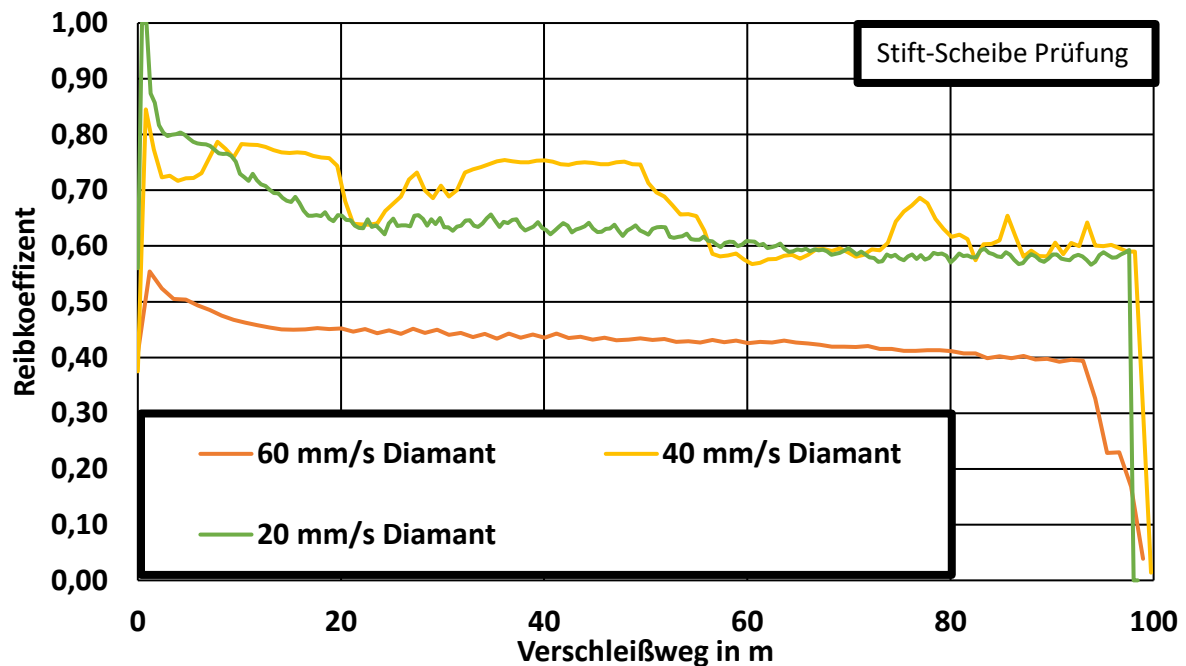
**Abbildung 7-4:** Verschleißprofil Chromnitrid in Abhängigkeit der Geschwindigkeit im Stift-Scheibe Test

Neben dem Verschleißvolumen wurde auch das Verschleißprofil ermittelt und in Abbildung **7-4** visualisiert. Durch Verringerung der Prüfgeschwindigkeit auf  $40 \frac{\text{mm}}{\text{s}}$  steigt das Verschleißprofil um 50%, von fast  $150 \mu\text{m}^2$  auf über  $250 \mu\text{m}^2$ . Eine weitere Senkung der Geschwindigkeit führt zu keiner weiteren Erhöhung des Verschleißprofiles, zwischen der mittleren und der niedrigen Prüfgeschwindigkeit kann kaum Unterschied festgestellt werden. Bei den beiden getesteten niedrigeren Prüfgeschwindigkeiten wurde eine höhere Standardabweichung festgestellt. Die Ergebnisse der Volumen- und der Profiluntersuchung korrelieren.



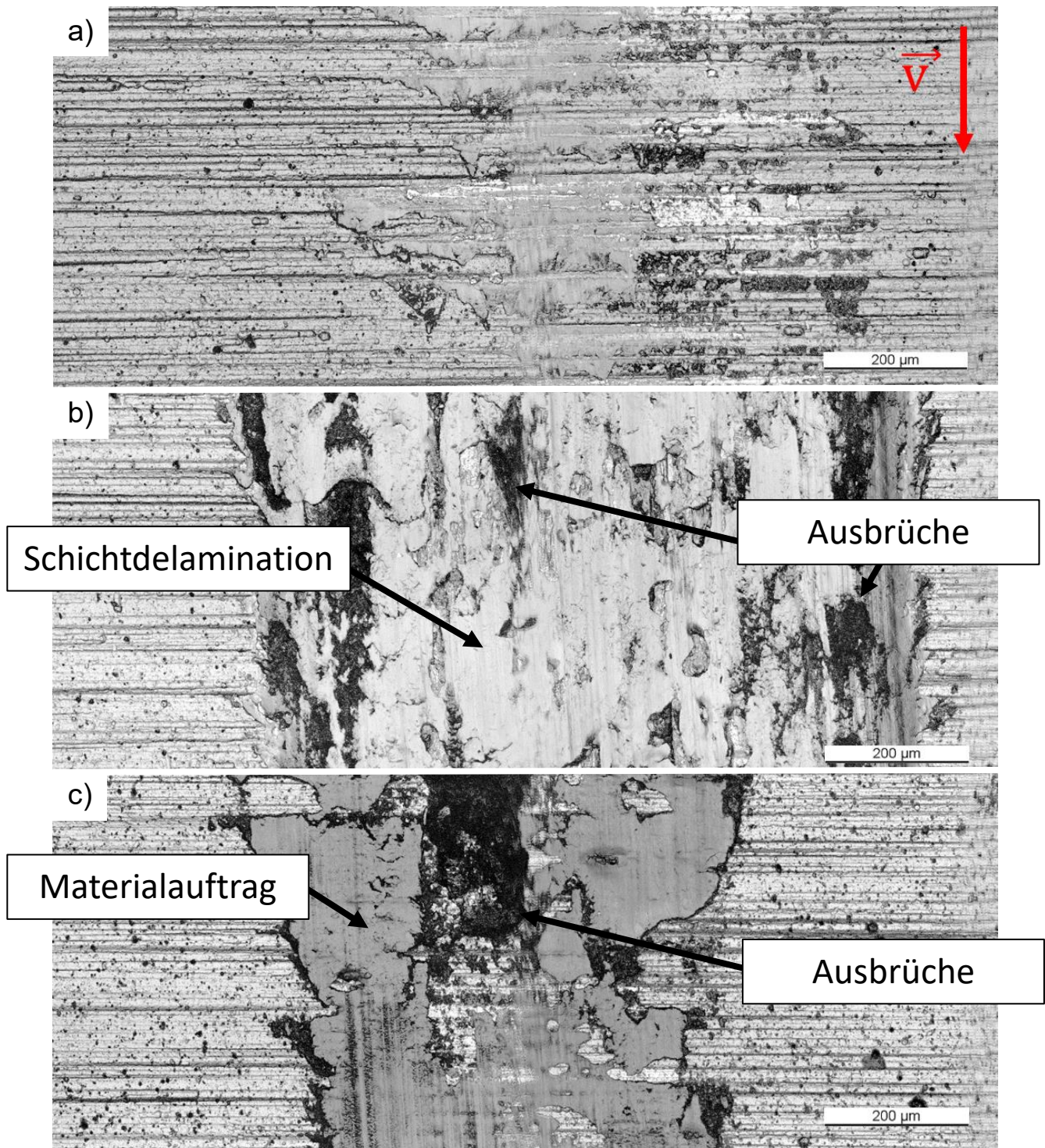
### 7.1.2 Chromoxid/Chromnitrid (CrN/CrO)

Die vorgestellte CrN/CrO Beschichtung wurde getestet. Die aufgezeichneten Reibwertergebnisse sind in Abbildung 7-5 dargestellt. Die 20 mm/s Proben beendeten das Einlaufverhalten nach 20 Metern Prüfweg und die 60 mm/s Proben benötigten 10 Meter Prüfweg. Bei einer Prüfgeschwindigkeit von 40 mm/s konnte kein statischer Wert ermittelt werden, da dieser mit großen Peaks versetzt ist. In den Bereichen ohne Peaks liegt der Wert bei ca. 0,6, was auch dem stationären Reibwert bei einer Geschwindigkeit von 20 mm/s entspricht. Für die schnellste Prüfgeschwindigkeit stellt sich ein Reibwert von 0,4 ein.



**Abbildung 7-5:** Geschwindigkeitseinfluss auf Reibwert der CrN/CrO Beschichtung in Abhängigkeit der Umfangsgeschwindigkeit

Die Oberflächenaufnahmen der Proben, Abbildung 7-6, zeigen, dass die Schleifriefen bei allen drei Prüfgruppen gleichmäßig zu erkennen sind. Die Prüfgruppe 60 mm/s, a), zeigt leichte Verschleißerscheinungen. Der Bereich um die Verschleißertopographie hebt sich dunkel ab, die Schleifriefen haben sich im Bereich der Verschleißrinne mit Materialabtrag gefüllt. Ausbrüche sind nicht zu erkennen. Teil b) zeigt die Probe bei einer Prüfgeschwindigkeit von 40 mm/s, die Verschleißrinne ist um ca. 200 µm breiter ausgeprägt, im Höhenprofil ist ersichtlich, dass die Beschichtung ist auf der ganzen Breite abgetragen ist. Die Oberfläche zeigt ein schuppiges Muster, welches bei Adhäsionsverschleiß auftritt. Riefen in Belastungsrichtung sind erkennbar. In Teil c) sind tiefe Ausbrüche und großflächiger Materialaufträge erkennbar. Die Verschleißspur ist dünner ausgeprägt als in Teil b) und die Oberfläche der Materialaufträge ist glatt.

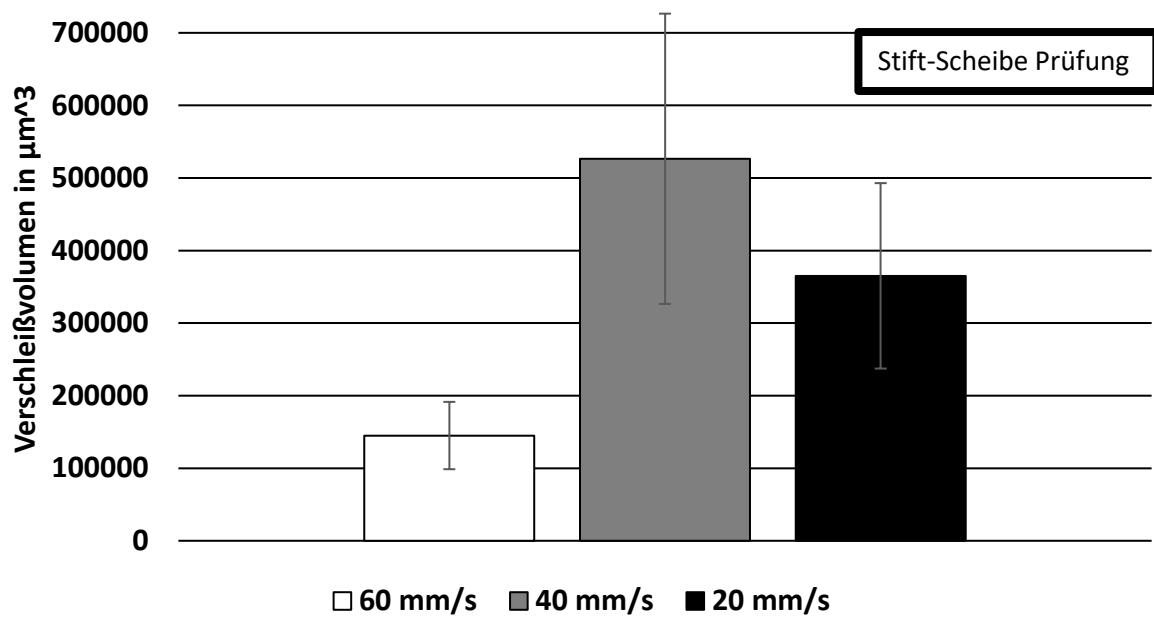


**Abbildung 7-6:** Verschleißspur CrN/CrO gegen Hartmetallstift, 50N Last, bei Umfangsgeschwindigkeitsvariierung a) 60 mm/s b) 40 mm/s c) 20 mm/s

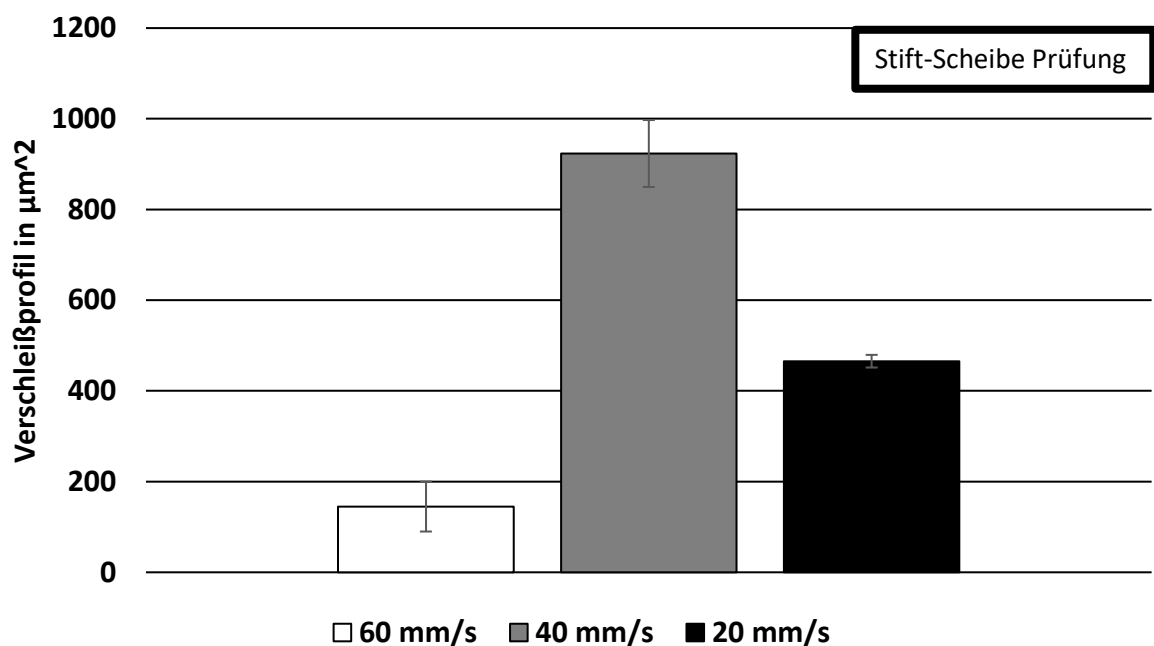
Für die jeweiligen Prüfgeschwindigkeiten wurden das Verschleißvolumen und das Verschleißprofil ermittelt. Das Verschleißvolumen ist in Abbildung 7-7 dargestellt. Die höchste Prüfgeschwindigkeit zeigt das geringste Verschleißvolumen. Durch Verringerung der Prüfgeschwindigkeit auf  $40 \frac{\text{mm}}{\text{s}}$  steigt das Verschleißvolumen um 200%. Eine weitere Senkung der Geschwindigkeit führt zu keiner weiteren Erhöhung des Verschleißvolumens. Bei den



beiden getesteten niedrigeren Prüfungsgeschwindigkeiten wurde eine hohe Standardabweichung festgestellt.



**Abbildung 7-7:** Verschleißvolumen CrN/CrO in Abhängigkeit der Geschwindigkeit im Stift-Scheibe Test



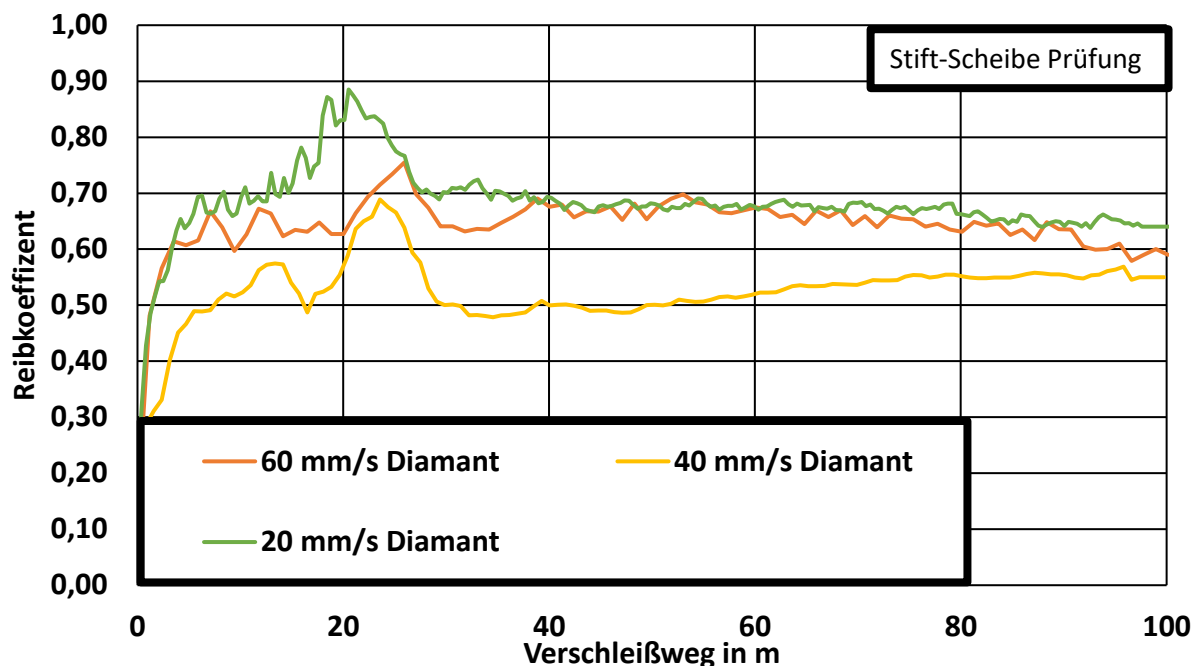
**Abbildung 7-8:** Verschleißprofil CrN/CrO in Abhängigkeit der Geschwindigkeit im Stift-Scheibe Test

Neben dem Verschleißvolumen wurde auch das Verschleißprofil ermittelt und in **Abbildung 7-8** visualisiert. Durch Verringerung der Prüfungsgeschwindigkeit auf  $40 \frac{\text{mm}}{\text{s}}$  steigt das Verschleißprofil sehr stark an, von fast  $150 \mu\text{m}^2$  auf über  $900 \mu\text{m}^2$ . Eine weitere Senkung der Geschwindigkeit

führt zu keiner weiteren Erhöhung des Verschleißprofils, das Verschleißprofil verringert sich. Bei den Profilmessungen wurde eine deutlich geringere Standardabweichung festgestellt. Auf die hohe Standardabweichung wird in der Ergebnisdiskussion weiter eingegangen.

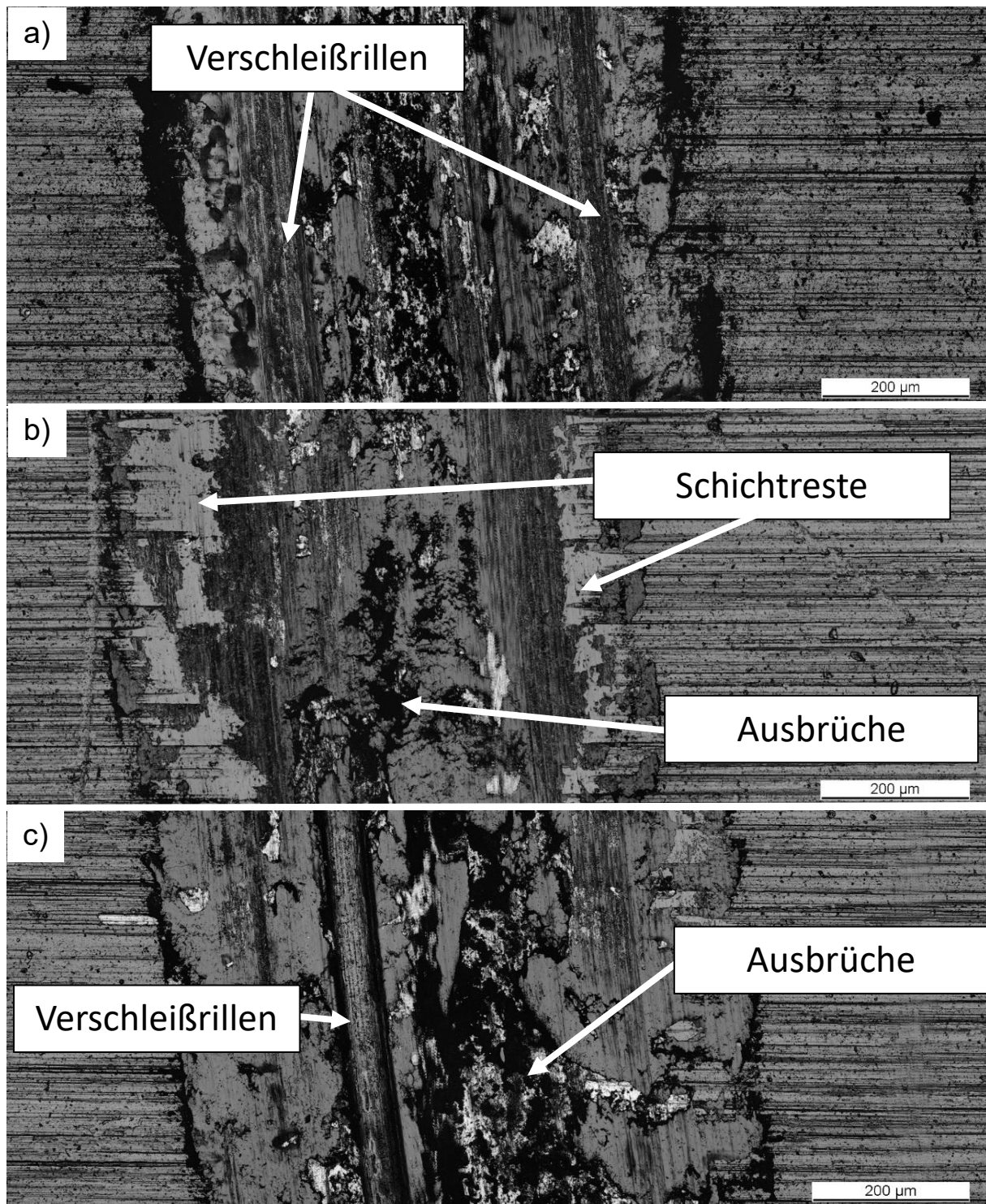
### 7.1.3 Titanaluminiumnitrid (TiAlN)

Auf Titanbasis wurde eine ternäre TiAlN Beschichtung getestet. Die Ergebnisse der Reibwerte sind in Abbildung 7-9 abgebildet. Alle drei Prüfgeschwindigkeiten zeigen nach ca. 20 Metern einen großen Peak. Dieser ist bei der langsamsten Prüfgeschwindigkeit am ausgeprägtesten. Nach dem Peak verlaufen schnelle und langsame Prüfgeschwindigkeit kongruent gegen 0,65. Der Reibwert bei mittlerer Prüfgeschwindigkeit zeigt ebenfalls nach 20 Metern einen großen Peak auf, anschließend fällt der Reibwert jedoch wieder auf einen Wert von 0,5, ähnlich dem vor dem Peak. Der Reibwert steigt anschließend monoton von 0,5 auf 0,55 und nähert sich dem der anderen Prüfgeschwindigkeiten weiter an.



**Abbildung 7-9:** Geschwindigkeitseinfluss auf Reibwert der TiAlN Beschichtung in Abhängigkeit des Verschleißweges

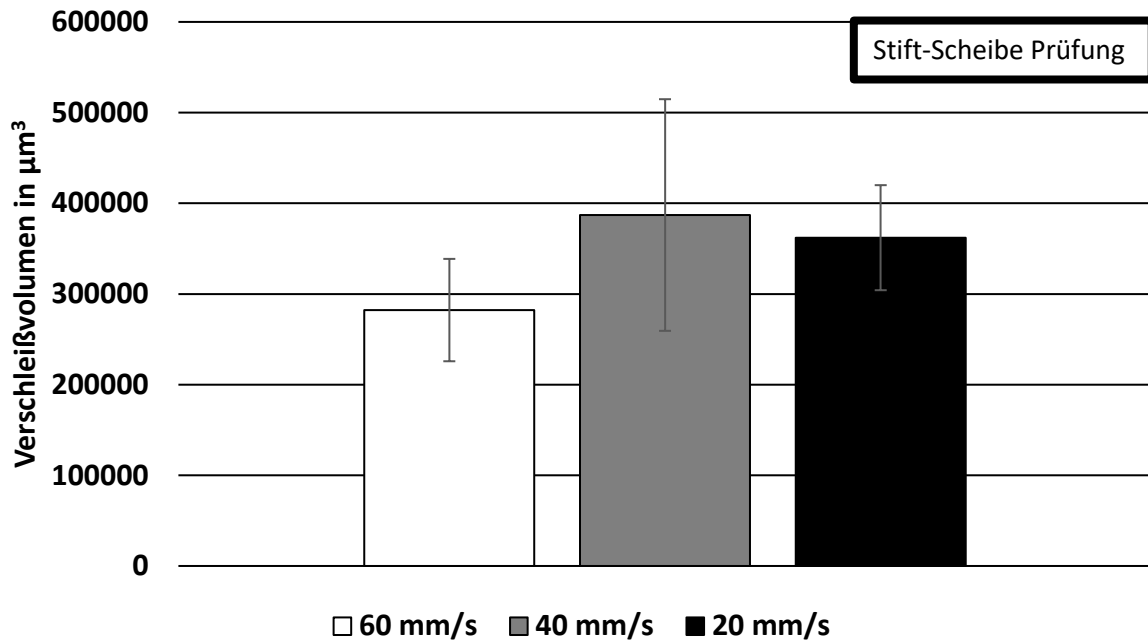
In Abbildung 7-10 sind die CLSM-Laserbilder der TiAlN beschichteten Proben nach einem Verschleißweg von 100 Metern dargestellt. Teil a) zeigt die höchste Prüfgeschwindigkeit. Es ist eine ausgeprägte Verschleißrinne sichtbar, markante Verschleißrillen stechen hervor. Zwischen diesen sind Ausbrüche und eine geschuppte Oberfläche erkennbar. An den Rändern der Verschleißrinne sind leichte, sich dunkel abhebende Materialaufhäufungen zu erkennen. Teil b) zeigt die mittlere Prüfgeschwindigkeit, auch hier ist die Verschleißrinne ausgeprägt. Aus dem Höhenprofil ist ersichtlich, dass sich auf dem Substrat noch Schichtreste befinden, welche sich am Rand der Verschleißrinne befinden. In der Mitte ist bereits das Substrat sichtbar, die Oberfläche ist geschuppt/gestaucht. Ausbrüche sind erkennbar, welche entlang der gestauchten Bereiche infolge weiterer Oberflächenzerrüttung weiterwachsen würden. In Teil c) ist die Prüfgeschwindigkeit 60 mm/s dargestellt. Hier sind mittig in der Verschleißrinne sehr große Ausbrüche erkennbar. Schichtreste sind nicht zu sehen, auch ausgebildete Verschleißrillen sind sichtbar.



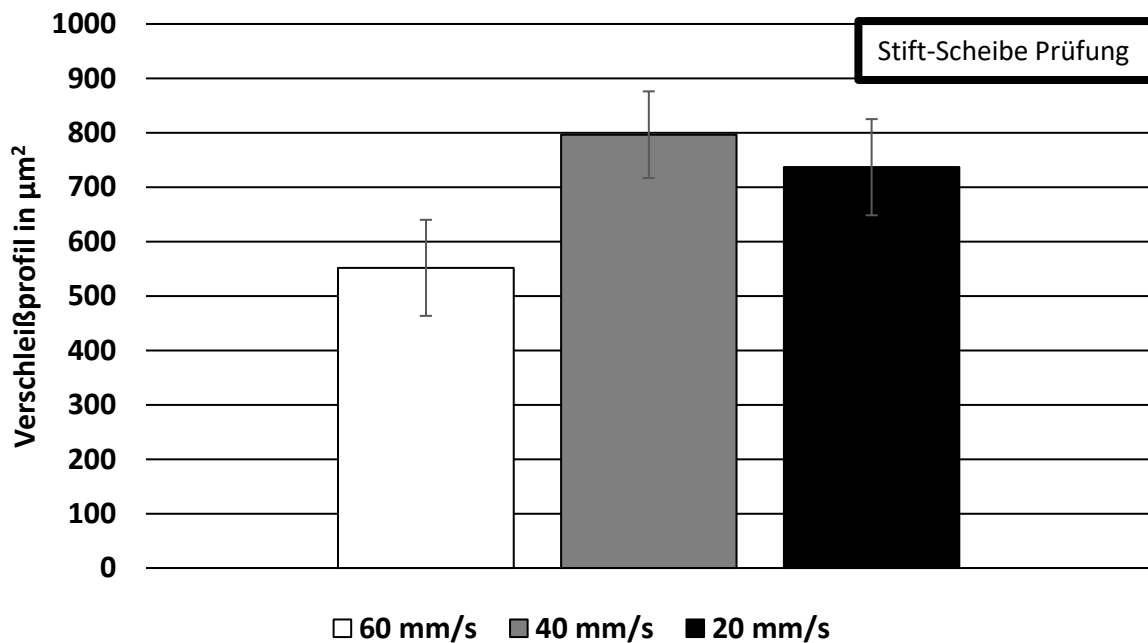
**Abbildung 7-10:** Verschleißspur TiAlN gegen Hartmetallstift, 50N Last, bei Umfangsgeschwindigkeitsvariierung a) 60 mm/s b) 40 mm/s c) 20 mm/s

In Abbildung 7-11 sind die gemessenen Verschleißvolumen der einzelnen Geschwindigkeiten aufgetragen. Alle drei Prüfgeschwindigkeiten unterscheiden sich nur gering im Abtragsverhalten. Den ermittelten meisten Abtrag zeigt die mittlere Geschwindigkeit, den geringsten die hohe Geschwindigkeit. Die Standardabweichung ist ebenfalls bei mittlerer Prüfgeschwindigkeit am höchsten. Das Verschleißprofil, dargestellt in Abbildung 7-12, zeigt ein ähnliches Bild wie das Verschleißvolumen. Den geringsten Abtrag zeigt die hohe

Prüfgeschwindigkeit. Der Abtrag der mittleren und niedrigen Prüfgeschwindigkeit unterscheidet sich nur gering, liegt jedoch um ca. 25% höher als der Abtrag der schnellen Prüfgeschwindigkeit. Die Standardabweichung fällt bei allen gemessenen Probengruppen gering aus.



**Abbildung 7-11:** Verschleißvolumen TiAlN in Abhängigkeit der Geschwindigkeit im Stift-Scheibe Test



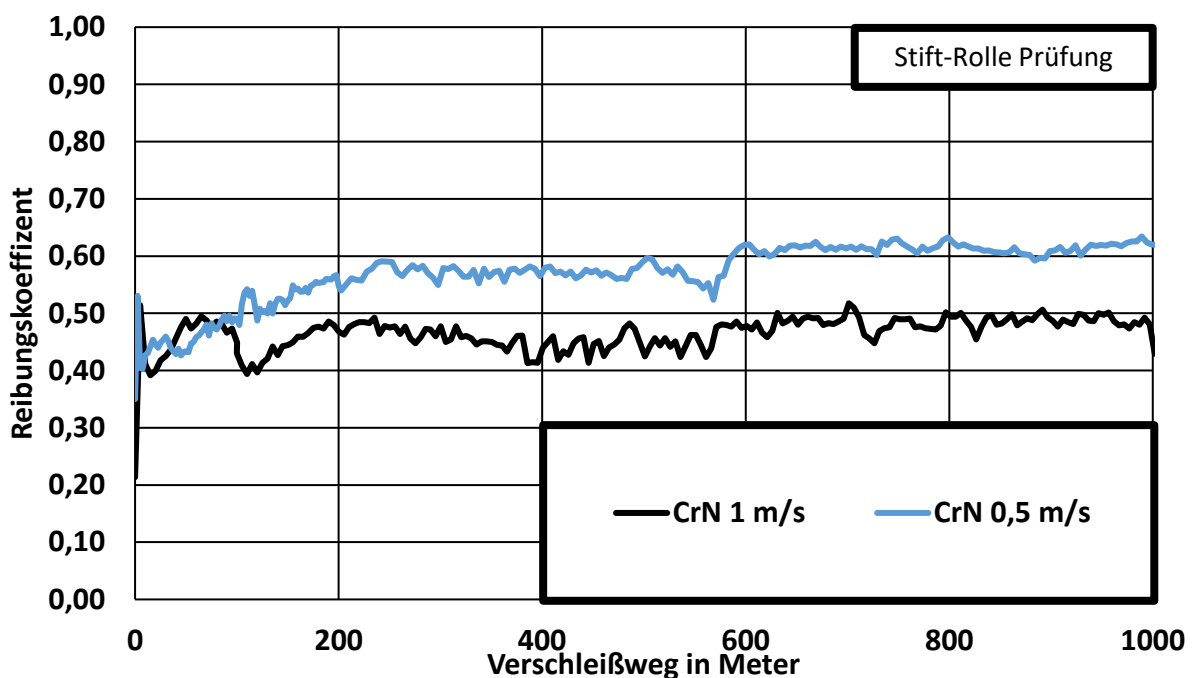
**Abbildung 7-12:** Verschleißprofil TiAlN in Abhängigkeit der Geschwindigkeit im Stift-Scheibe Test

## 7.2 Einfluss der Geschwindigkeit auf die Stift-Rolle Prüfung

Die Stift-Rolle wurden auf dem in Kapitel 4.3 beschriebenen Stift-Rolle Prüfstand durchgeführt. Dort werden auch die Prüfparameter und die verwendeten Probengeometrien vorgestellt. Untersucht wurden der Reibwert, die Oberflächenstruktur und der volumetrische Materialabtrag. In diesem Abschnitt werden die Ergebnisse vorgestellt.

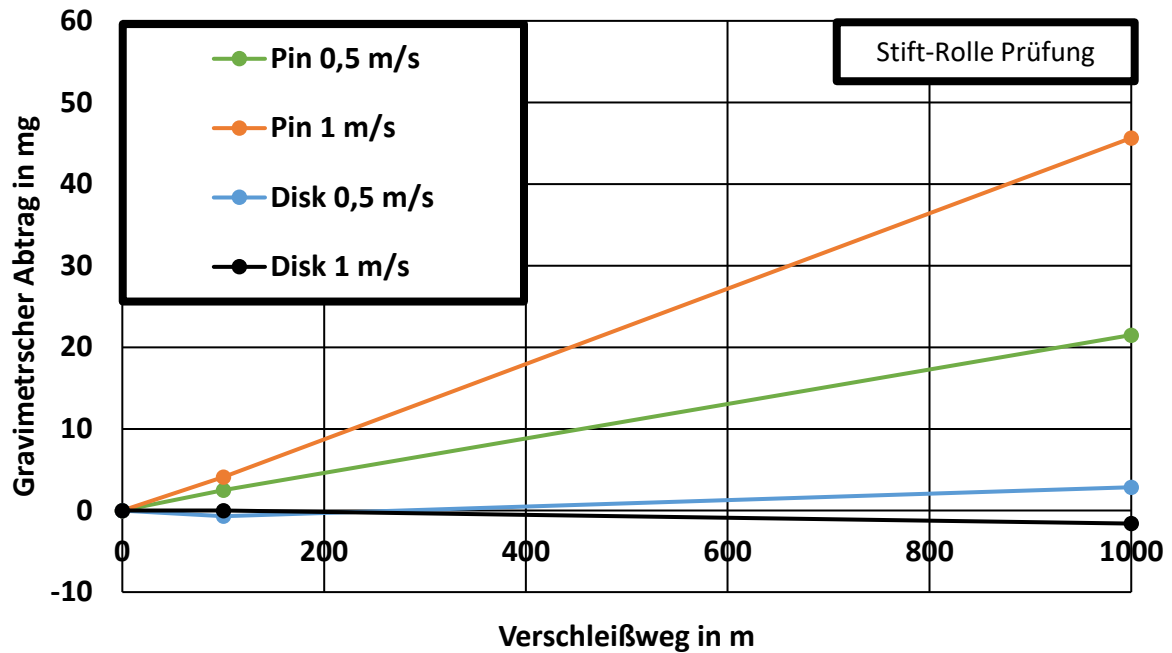
### 7.2.1 Chromnitrid (CrN)

In der Abbildung 7-13 sind die ermittelten Reibwerte der Stift-Rolle Untersuchung für die Chromnitridbeschichtung aufgetragen. Ein Einlaufverhalten ist klar erkennbar, der Reibwert steigt dabei auf ca. 0,5. Nach 100 Metern ist bei den verschiedenen Prüfgeschwindigkeiten noch kein ausgeprägter Unterschied im Reibwert erkennbar. Der Reibwert für die hohe Prüfgeschwindigkeit (1 m/s) bleibt über die restliche Prüfdauer konstant zwischen 0,45 und 0,5. Der Reibwert der niedrigen Prüfgeschwindigkeit (0,5 m/s) steigt auf den ersten 300 Metern auf 0,55. Nach weiteren 300 Metern steigt der Reibwert auf knapp über 0,6, bei welchem er weitestgehend konstant bis Prüfende bleibt.

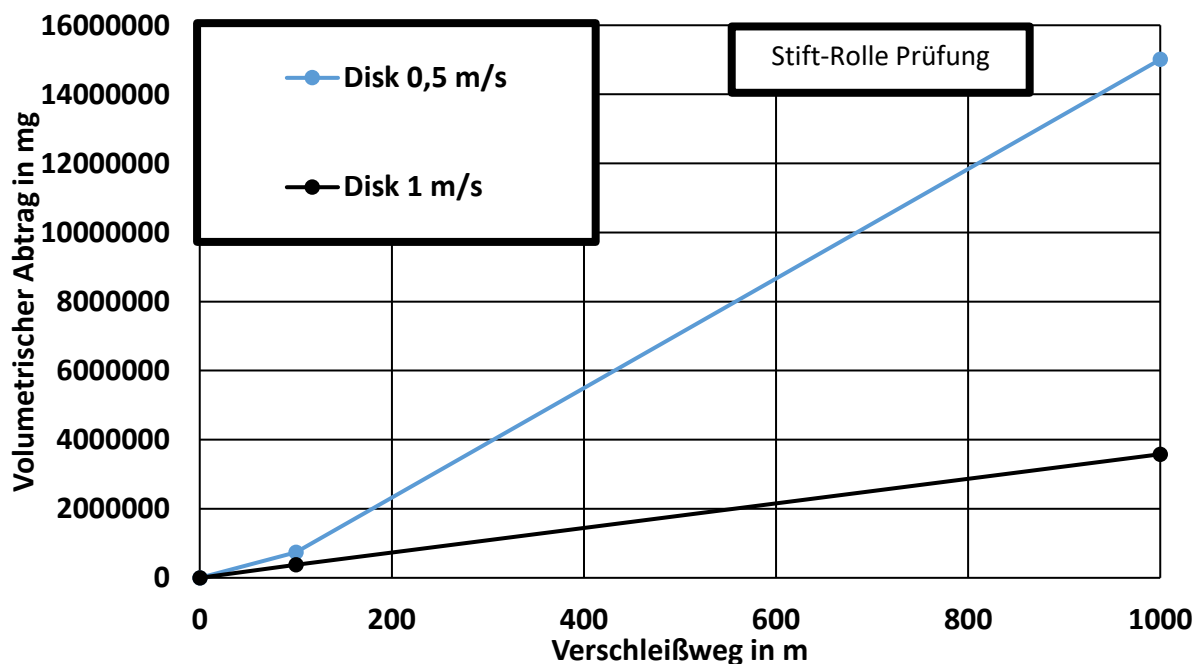


**Abbildung 7-13:** Reibungskoeffizient CrN in Abhängigkeit von dem Verschleißweg

Der gravimetrische Abtrag wurde in Abbildung 7-14 dargestellt. Nach 100 Metern ist bei Abtrag zwischen den P kein großer Unterschied erkennbar, der volumetrische Abtrag nach 100 Metern an Rollen gleich Stiftverschleiß durch hohe Prüfgeschwindigkeit um 100% erhöht, Einlaufverhalten bei Stiftverschleiß nicht erkennbar. Materialauftrag bzw. Anhaftung an hoher Reibgeschwindigkeit erkennbar.



**Abbildung 7-14:** Gravimetrischer Abtrag an Reibpartnern über Verschleißweg im Stift-Rolle Versuch der Beschichtung CrN

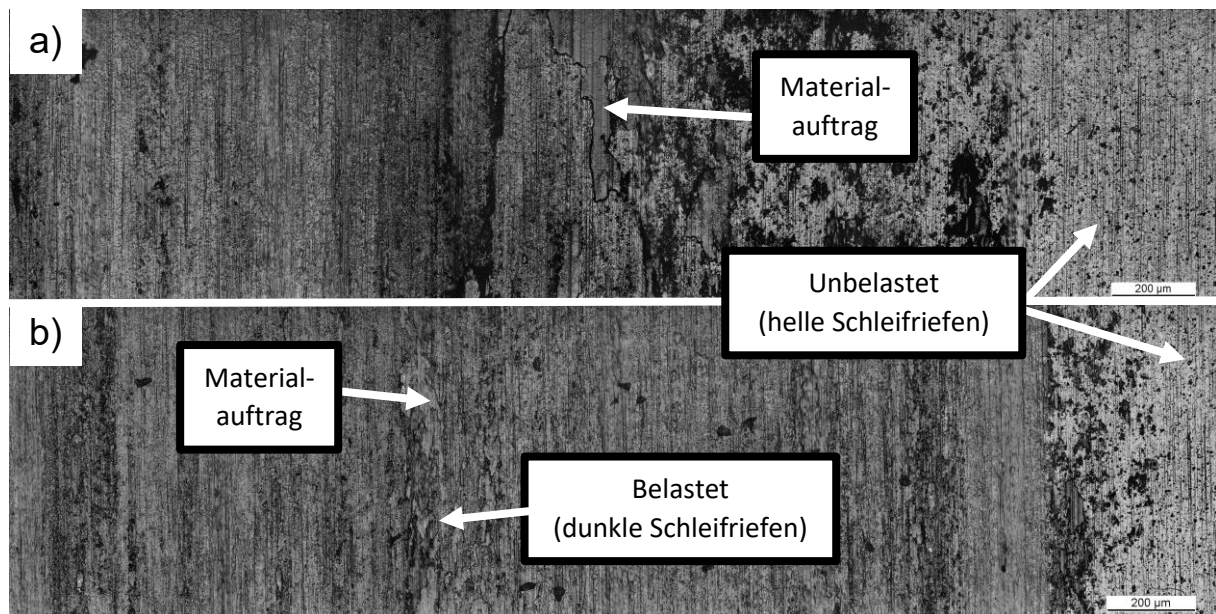


**Abbildung 7-15:** Volumetrischer Abtrag an Reibpartnern über Verschleißweg im Stift-Rolle Versuch der Beschichtung CrN

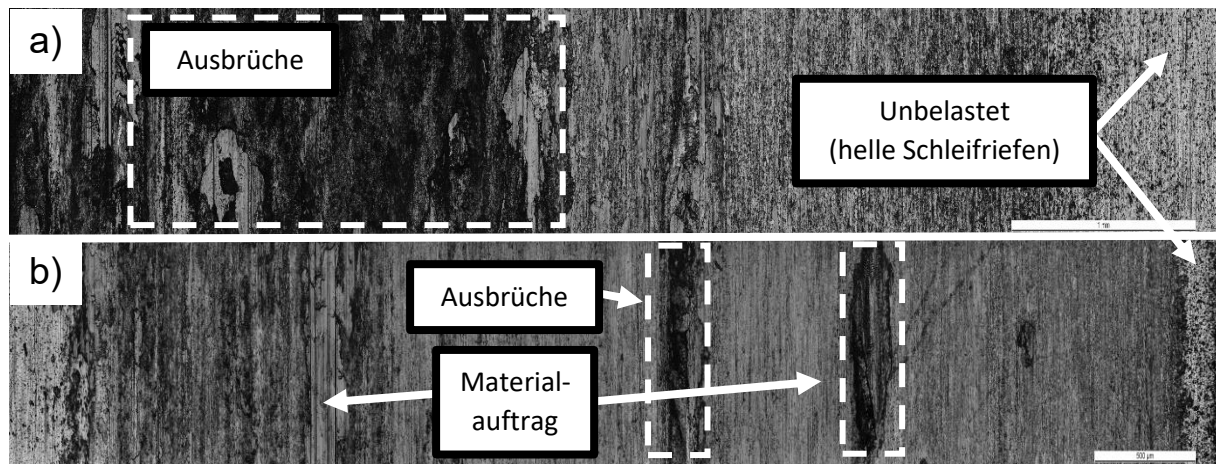
In Abbildung 7-15 sind die Ergebnisse der volumetrischen Messung dargestellt. Beide Rollen zeigten geringsten Abtrag nach 100 Metern. Aber Abtrag an den Stiften war nach 100 Metern deutlich größer. Dabei war der Abtrag an dem Stift mit einem 1 m/s deutlich größer. Dieses Bild setzte sich auch bei der Messung nach 1000 Metern Verschleißweg fort. Der Stift mit einem 1 m/s verschleißt deutlich schneller als der mit 0,5 m/s getestete Stift. Ein anderes Bild



zeigt sich bei den Rollen. Hier verschleifen die Rollen bei einer Geschwindigkeit von 0,5 m/s deutlich schneller. Bei den mit 1 m/s getesteten Rollen ist ein Materialauftrag erkennbar, da die Rollen an Gewicht zunehmen.



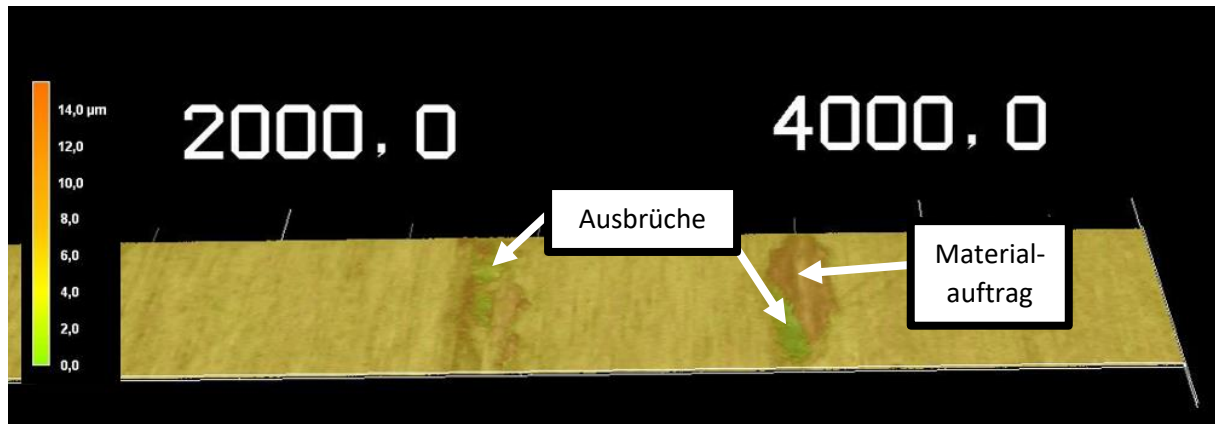
**Abbildung 7-16:** Oberfläche CrN im Stift-Rolle Versuch nach 100 Metern a) 0,5 m/s Reibgeschwindigkeit b) 1 m/s Reibgeschwindigkeit



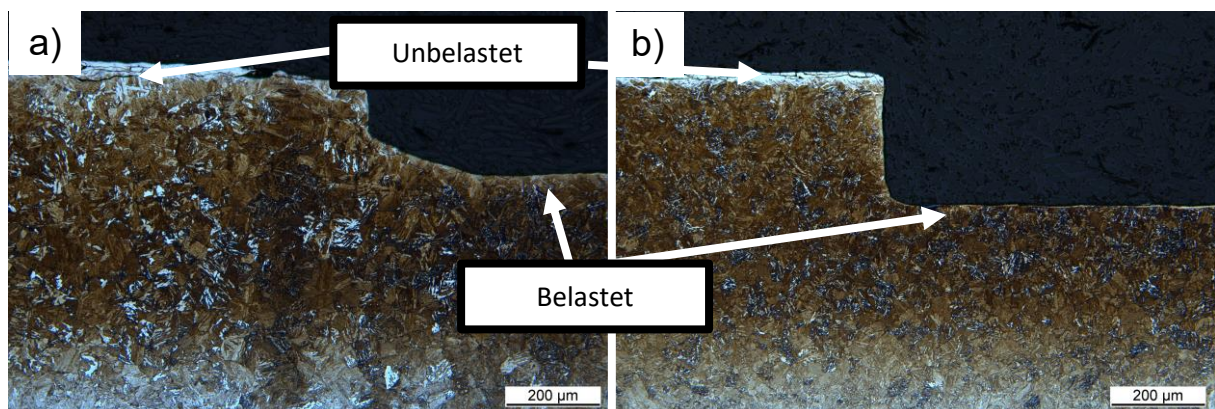
**Abbildung 7-17:** Oberfläche CrN im Stift-Rolle Versuch nach 1000 Metern a) 0,5 m/s Reibgeschwindigkeit b) 1 m/s Reibgeschwindigkeit

In Abbildung 7-16 sind die Oberflächen der Rollen nach 100 Metern dargestellt. Bei beiden Rollen sind signifikanten Schädigungen erkennbar. Der größere Belastungsbereich der Rolle bei einer Prüfgeschwindigkeit von 1 m/s erklärt sich mit dem größeren Materialabtrag am Stift und der infolge dessen größeren Kontaktfläche. Leichter Materialauftrag ist an beiden Proben erkennbar. In Abbildung 7-17 ist die Oberfläche der Proben nach 1000 Metern Verschleißweg abgebildet. In Teil a) ist die Probenoberfläche mit einer Prüfgeschwindigkeit von 0,5 m/s abgebildet. Dabei ist auf der linken Seite ein großer Bereich mit Ausbrüchen erkennbar. Die Oberfläche weist im linken Bereich deutliche Abnutzungsspuren auf, die Oberfläche hat sich verdunkelt. Die Schleifriefen haben sich dunkel gefärbt. Die Beschichtung ist im rechten

Bereich noch gut zu erkennen. In Teil b) ist die Probenoberfläche bei einer Prüfgeschwindigkeit von 1 m/s zu sehen. Es heben sich zwei dunkle Bereiche stark hervor. In der 3D Aufnahme ist zu erkennen, dass es sich bei dem linken Bereich um Ausbrüche und bei dem rechten Bereich um eine Kombination aus kleinen Ausbrüchen und Materialauftrag handelt. Dies ist in Abbildung 7-18 dargestellt. Die Beschichtung ist über die ganze Probenbreite noch vorhanden und gut zu erkennen.



**Abbildung 7-18:** 3D CLSM Aufnahme Oberfläche CrN im Stift-Rolle Versuch nach 1000 Metern 1 m/s Reibgeschwindigkeit

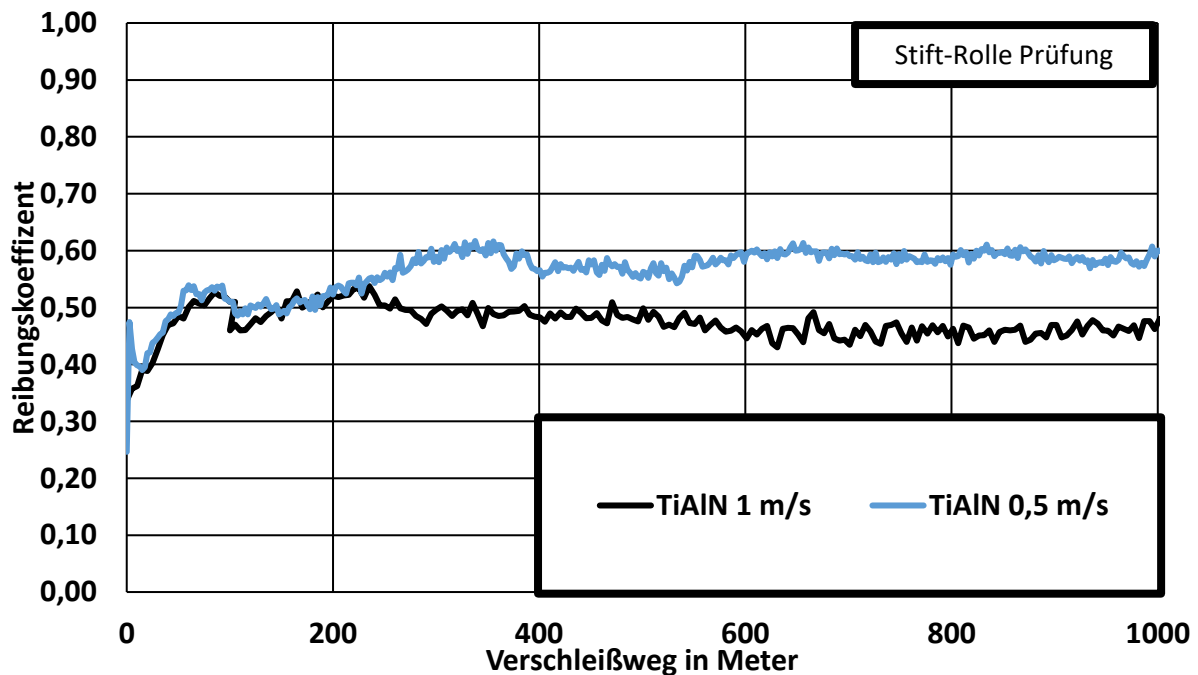


**Abbildung 7-19:** Gegenkörper Schliff 1.8550 gegen Chromnitrid bei a) 0,5 m/s Umfangsgeschwindigkeit und b) 1,0 m/s Umfangsgeschwindigkeit

Die Abbildung 7-19 zeigt die getesteten Gegenkörper aus vergütetem und nitriertem 1.8550 Stahl nach 1000 Metern Prüfweg. Der Stahl wurde auf 52 HRC vergütet und anschließend bei einer Temperatur von 515° für insgesamt 168 Stunden nitriert. Aufgrund der geringen Dicke der Nitrierschicht, wurde die Härte mit HV 0,2 gemessen. Es ergab sich ein Wert von 663 HV 0,2. Die Nitriertiefe beträgt 0,6 mm. Deutlich ist der Materialabtrag an den Proben zu erkennen. Bei den gezeigten Proben, welche mit Nital geätzt wurden, wurde eine Abtragstiefe von 180 µm für die Probe mit einer Prüfgeschwindigkeit von 0,5 m/s und 280 µm für die Probe mit einer Prüfgeschwindigkeit von 1 m/s ermittelt.

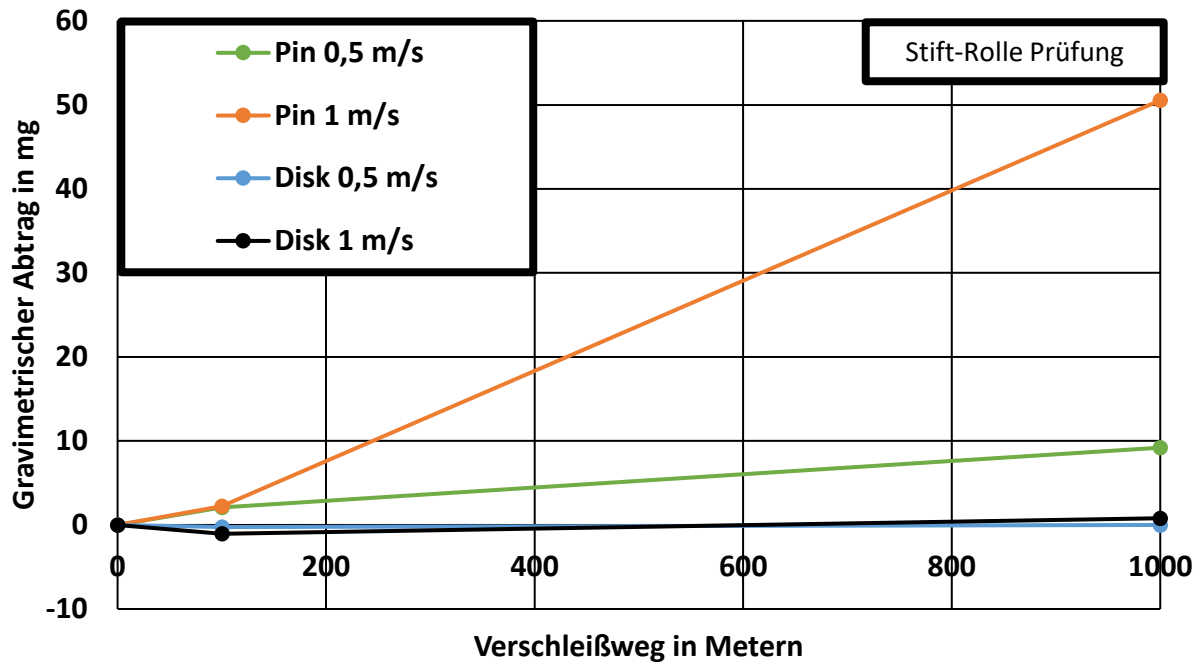
### 7.2.2 Titanaluminiumnitrid (TiAlN)

In der Abbildung 7-20 sind die ermittelten Reibwerte der Stift-Rolle Untersuchung für die Titanaluminiumnitridbeschichtung aufgetragen. Ein Einlaufverhalten ist klar erkennbar, der Reibwert steigt dabei auf ca. 0,5. Nach 100 Metern ist bei den verschiedenen Prüfgeschwindigkeiten noch kein ausgeprägter Unterschied im Reibwert erkennbar. Der Reibwert für die hohe Prüfgeschwindigkeit (1 m/s) bleibt über die restliche Prüfdauer konstant zwischen 0,45 und 0,5. Der Reibwert der niedrigen Prüfgeschwindigkeit (0,5 m/s) steigt auf den ersten 300 Metern auf 0,60 und stagniert bei dem genannten Wert.

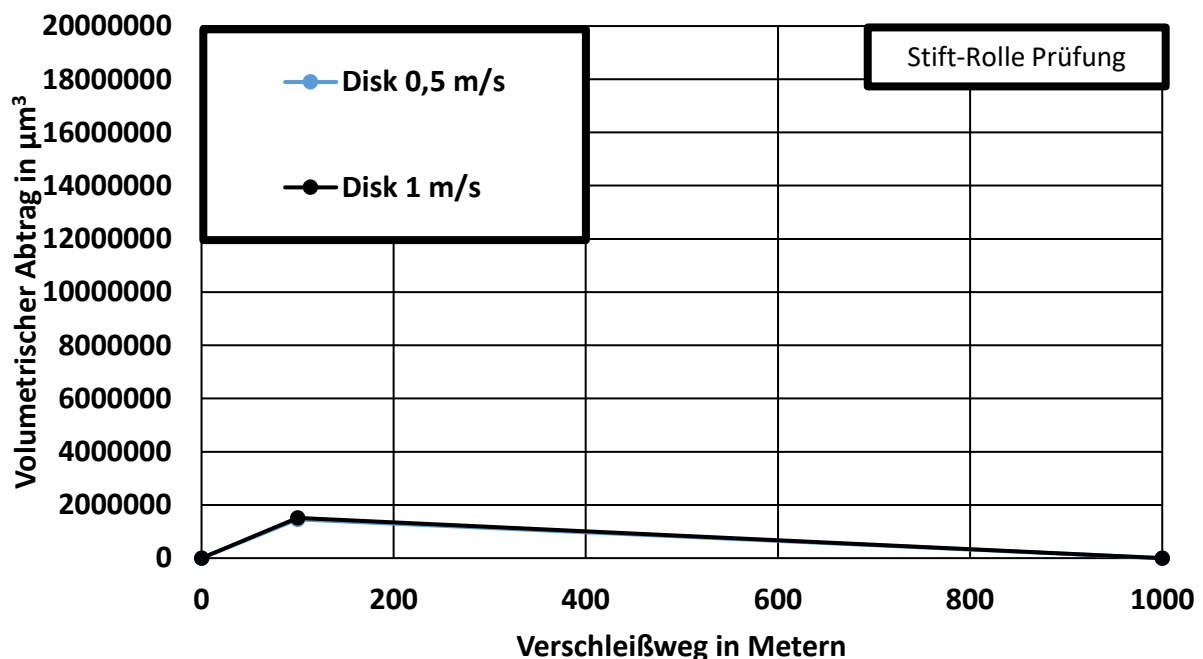


**Abbildung 7-20:** Reibungskoeffizient TiAlN in Abhängigkeit von dem Verschleißweg

Der gravimetrische Abtrag wurde in Abbildung 7-21 dargestellt. Nach 100 Metern ist beim gemessenen Abtrag zwischen den Stiften kein Unterschied erkennbar, an beiden Rollen wurde ein gravimetrischer Materialauftrag detektiert. Nach 1000 Metern Prüfweg zeigte die höhere Prüfgeschwindigkeit einen um den Faktor fünf erhöhten Materialabtrag im Verhältnis zur geringeren Prüfgeschwindigkeit. Diese Steigerung konnte bei den Rollen nicht festgestellt werden, an beiden Rollen konnte kein signifikanter Materialverlust festgestellt werden. Es wurde eine geringe Gewichtsaufnahme unter einem Milligramm für beide Prüfgeschwindigkeiten detektiert.



**Abbildung 7-21:** Gravimetrischer Abtrag an Reibpartnern über Verschleißweg im Stift-Rolle Versuch der Beschichtung TiAlN

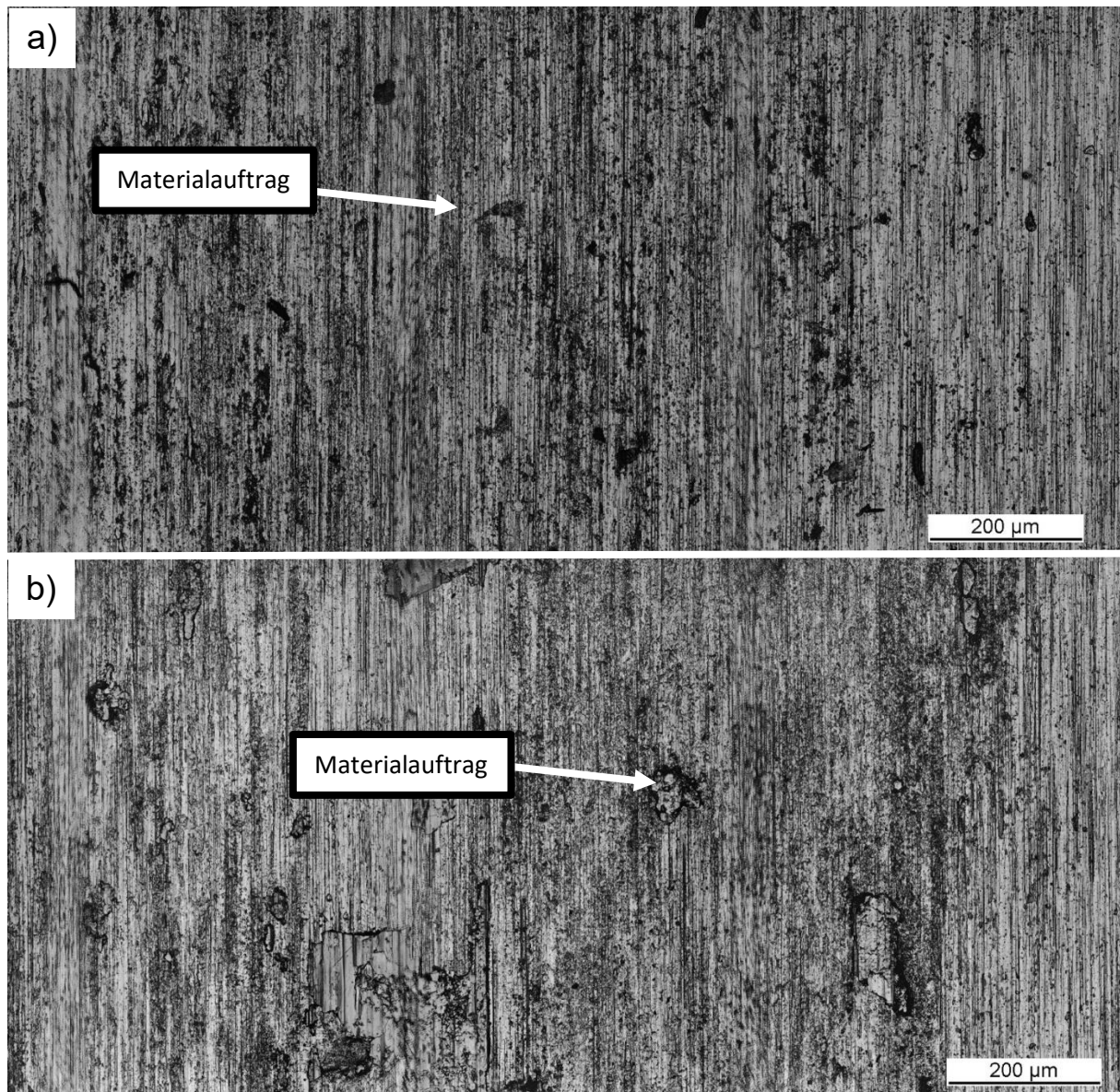


**Abbildung 7-22:** Volumetrischer Abtrag an Reibpartnern über Verschleißweg im Stift-Rolle Versuch der Beschichtung TiAlN

Der volumetrische Abtrag der Paarungen wurde in Abbildung 7-22 dargestellt. Die Einteilung der Ordinate wurde gewählt, um den Vergleich mit der vorher getesteten Chromnitridbeschichtung zu ermöglichen, welcher bei der langsamen Prüfgeschwindigkeit nach 1000 Prüfmeter im oberen Bereich der Achse anzusiedeln war. Der volumetrische

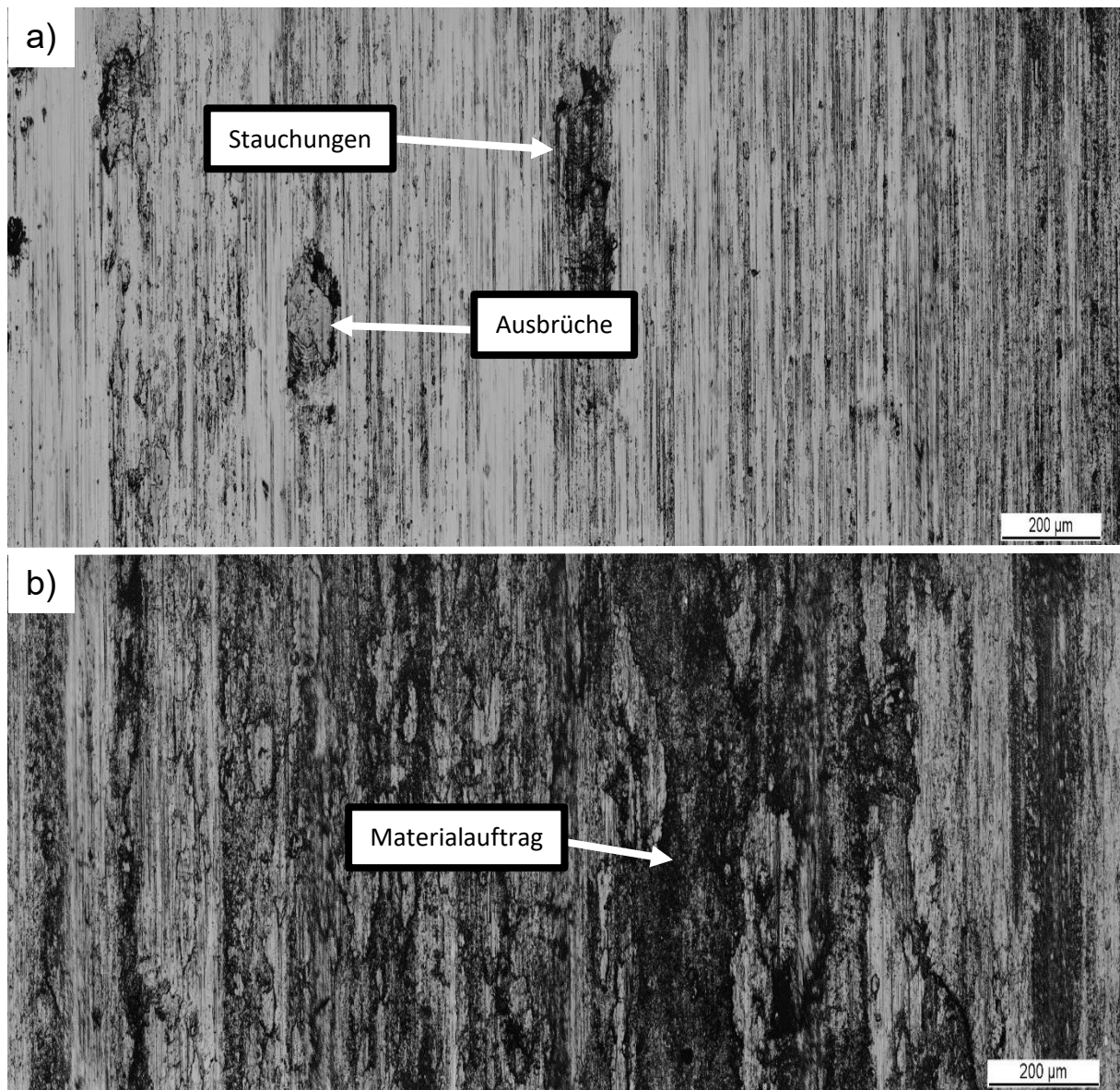


Abtrag der 0,5 m/s Probengeschwindigkeit ist fast doppelt so hoch wie der volumetrische Abtrag der Probe mit einer Prüfgeschwindigkeit von 1 m/s. Dies steht im Gegensatz zu der gravimetrischen Messung, welche eine Gewichtszunahme der 0,5 m/s Probe zeigt.



**Abbildung 7-23:** Oberfläche TiAlN im Stift-Rolle Versuch nach 100 Metern a) 0,5 m/s Reibgeschwindigkeit b) 1 m/s Reibgeschwindigkeit

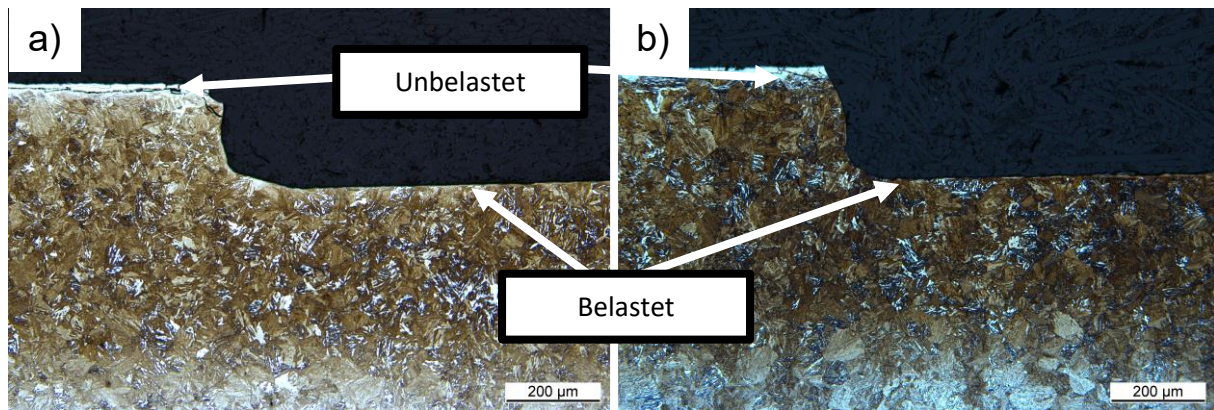
In Abbildung 7-23 sind die Oberflächenaufnahmen der Rolle-Rolle Proben nach einem Prüfweg von 100 Metern abgebildet. In Teil a) ist die 0,5 m/s Prüfgeschwindigkeit abgebildet, dunkle Flecken sind erkennbar. Die dunklen Punkte wurden im Höhenprofil als Materialauftrag identifiziert. Die Schleifriefen heben sich ebenfalls dunkel hervor. In Teil b) ist die 1 m/s Prüfgeschwindigkeit dargestellt. Auch hier wurde ein Materialauftrag detektiert. Die Oberfläche erscheint weniger mit Materialauftrag aufgefüllt zu sein, da diese auf dem Laserbild weniger dunkle Ausprägungen vorweist.



**Abbildung 7-24:** Oberfläche TiAlN im Stift-Rolle Versuch nach 1000 Metern a) 0,5 m/s Reibgeschwindigkeit b) 1 m/s Reibgeschwindigkeit

In Abbildung 7-24 sind die Oberflächenaufnahmen nach 1000 Metern Prüfweg abgebildet. Im oberen Teil a) ist die 0,5 m/s Prüfgeschwindigkeit dargestellt. Die Oberfläche erscheint glatt, erste defekte sind zu erkennen. Im Höhenprofil konnten Ausbrüche detektiert werden. Der zentrale dunkle Bereich weicht im Höhenprofil nicht erkennbar von der restlichen Beschichtung ab. Die Oberfläche sieht gestaucht aus, die Beschichtung ist noch zu erkennen. In Teil b) ist die 1 m/s Prüfgeschwindigkeit dargestellt, die Oberfläche ist stark geschuppt und kontrastiert. Im Höhenprofil ist erkennbar, dass es sich um starken Materialauftrag handelt. Ausbrüche bzw. Vertiefungen in der Oberfläche sind nicht erkennbar.





**Abbildung 7-25:** Gegenkörper Schliff 1.8550 gegen Titanaluminiumnitrid bei a) 0,5 m/s Umfangsgeschwindigkeit und b) 1,0 m/s Umfangsgeschwindigkeit

Die Abbildung 7-25 zeigt die getesteten Gegenkörper aus vergütetem und nitriertem 1.8550 Stahl nach 1000 Metern Prüfweg. Der Stahl wurde auf 52 HRC vergütet und anschließend bei einer Temperatur von 515° für insgesamt 168 Stunden nitriert. Die Nitriertiefe beträgt 0,6 mm. Aufgrund der geringen Dicke der Nitrierschicht, wurde die Härte mit HV 0,2 gemessen. Es ergab sich ein Wert von 663 HV 0,2. Deutlich ist der Materialabtrag an den Proben zu erkennen. Bei den gezeigten Proben, welche mit Nital kontrastiert wurden, wurde eine Abtragstiefe von 190 µm für die langsame Probe und 250 µm für die Probe ermittelt.

## 8. Diskussion der Versuchsergebnisse

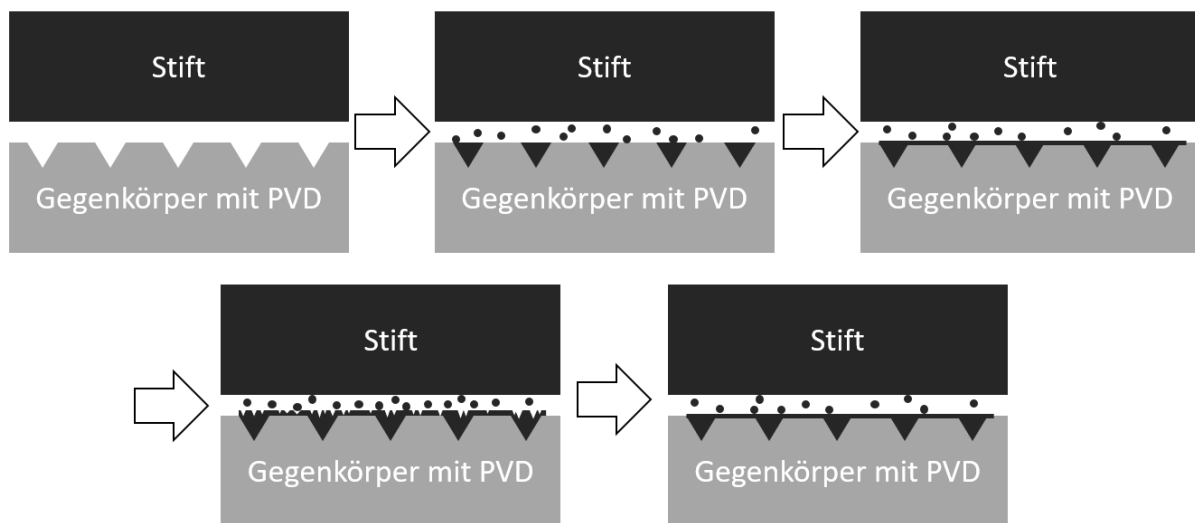
Im vorherigen Kapitel wurden die Ergebnisse der Untersuchung vorgestellt. Im Folgenden Kapitel werden die Ergebnisse analysiert, Rückschlüsse aus diesen gezogen und Erklärungen vorgestellt.

### 8.1 Diskussion der Grundlagenuntersuchungen

Der Vergleich der unterhalb der Sekundärhärtung (400 °C Anlasstemperatur) vergütete Proben und der oberhalb der Sekundärkabbidausscheidungstemperatur (520 °C Anlasstemperatur) vergüteten Proben zeigte, dass erstere Prüfgruppe signifikant früher unter zyklischer Biegebelastung als die andere Prüfgruppe versagte. Während die bei 520°C angelassenen Proben nach  $2 \cdot 10^6$  Schwingspielen nicht versagten, versagten die bei 400 °C angelassenen Proben bereits nach 42.000 Schwingspielen. Dies ist auf den Anteil an metastabilem Restaustenit zurück zu führen, welcher unter der Belastung in die hexagonale  $\epsilon$ -Martensitstruktur umklappt. Die Volumenkontraktion initiiert intrinsische Spannungen, welche lokal die Belastung erhöhen und zu Strukturschädigungen führen, ein Ausfall des Bauteils ist die Folge. Eine optimierte und präzise an die Anforderungsstrukturen angepasste Wärmebehandlung ist notwendig und zeigt hohes Potential zur Lebensdaueroptimierung des Werkstückes. Bei optimal eingestelltem Gefüge, welches oberhalb des Sekundärhärtemaximums vergütet wurde, konnte nur ein geringer Einfluss von Betriebstemperaturen bis 400°C ermittelt werden. Die sich im metastabilen Zustand befindlichen Phasen wurden durch den Vergütungsprozess aktiviert und eine Verringerung der gespeicherten freien Enthalpie fand bereits statt. Der Einfluss der Beschichtung auf die ertragbare Schwingspielzahl war jedoch signifikant. Die Aufbringung der Beschichtung führte zu einem massiven Lebensdauerverlust, was durch den verfrühten Anriss der hochharten Beschichtung erklärt wird. Die lokale, im unbeschichteten Zustand reversible Verformung wird durch Ausbildung heterogener Gleitstufen an der Oberfläche und dadurch entstehender Kerbwirkungen zu einer plastischen Verformung. Der Prozess der Ausbildung der Gleitstufen bis zur lokalen plastischen Verformung wird bei den beschichteten Proben stark verkürzt, da eine geringere elastische Verformung möglich ist und früher durch plastifizieren der Oberfläche die Überschüssige Belastung abgebaut wird.

Die Variierung der Oberflächenrauigkeit zeigte bei den beiden getesteten Chrombeschichtungen massiven Einfluss auf das Verschleißverhalten. Dabei wurde gezeigt, dass eine zu feine Oberflächenrauigkeit zu erhöhtem Verschleiß in Form von Ausbrüchen und Schichtabtrag führt. Ein lokales Verschleißminimum wurde bei der Oberflächenoptimierung durch eine 220er Schleifpapierkörnung erreicht. Feinere oder größere Schleifmedien führten zu einem Anstieg des Materialabtrages. Die substanzielle Verringerung des Abtrages um mehr als 50% ist multifaktoriell. Durch die vorhandene Oberflächenrauigkeit wird bei Penetration der Oberfläche der Gegenkörper aus der Beschichtung ausgelenkt. Ist die Niveaudifferenz der lokalen Minima und Maxima der Topografie nicht ausgeprägt genug, findet dieser Prozess nicht statt. Allegorisch ausdrücken lässt sich dies Beschreiben als Pflug, der einen Acker umpflügt. Der Gegenkörperverschleiß erhöht sich mit steigender Rauigkeit, die hochharte Beschichtung dringt in den auf einem geringeren Härteniveau gelegenen Gegenkörper ein und

trägt diesen ab. Es wurde beobachtet, dass dieser Abtrag sich in der Oberflächentopografie der Beschichtung verankert und dort einen Tribofilm ausbildet. Der Verschleiß der Beschichtung wird massiv durch den sich autogen ausbildenden Schutz gesenkt.



**Abbildung 8-1:** Schematische Darstellung der Bildungsphasen des autogenen Schmierfilms zwischen Stift und beschichteter Scheibe

Zur Erklärung der Tribofilmbildung wurde ein aus der Bremsscheibenentwicklung bekanntes Modell abstrahiert und auf diesen Anwendungsfall übertragen, [122]. Die autogene Ausbildung des verschleißminimierenden Tribofilmes wurde in Abbildung 8-1 dargestellt. Zu Beginn sind beide Körper unbelastet, der Stift zeichnet sich durch seine glatte Oberfläche aus. Heller dargestellt ist der Gegenkörper mit einer PVD-Beschichtung. Die Körper gleiten gegeneinander, es kommt zu einem Materialabtrag an dem weicheren Stift und die losen Partikel agglomerieren in den Topographiesenken. Dieses Einlaufverhalten kann durch den variierenden Reibwert detektiert werden. Mit steigender Versuchsdauer bildet sich eine geschlossene Schicht aus. Es stellt sich ein meist hoher Reibwert ein, da zwei gleiche Materialien (Stift und Tribofilm) aufeinander abgleiten. Erreicht der Tribofilm eine Grenzhöhe, kommt es zu Ausbrüchen aus dem Tribofilm. Diese Ausbrüche werden durch neuen Materialabtrag am Stift wieder aufgefüllt. Der Tribofilm wächst wieder in die Höhe und der Prozess wiederholt sich.

Es konnte gezeigt werden, dass bei gleicher chemischer Zusammensetzung des Substrates der Karbidanteil in Abhängigkeit der Wärmebehandlung zu einem Unterschied im Adhäsionsverschleißbild führt. Das im Lösungszustand mit Titan beschichtete Substrat zeigte eine deutlich bessere Schichthaftung an den Verschleißrändern als das sekundärgehärtete Substrat. Als Erklärung wird die geringere Anzahl an Karbiden genannt, welche eine andere Verteilung der Bindungsarten aufweisen. Die im lösungsgeglühten Zustand höhere Anzahl an metallischen Bindungen verbessert die Schichthaftung. Das Konzept wurde auf eine Chromnitridschicht übertragen, es zeigte sich, dass das Verschleißbild durch die Oberflächenzerrüttung des Substrates stark beeinflusst wurde. Die lösungsgeglühten Proben zeigten massive Ausfallerscheinungen, welche sich durch großflächige Ausbrüche zeigten. An den lösungsgeglühten Proben wurden über denselben Prüfweg nur geringe

Schäden detektiert. Als Schwachpunkt wird das weiche Substrat, welches durch frühes Plastifizieren den Eierschaleneffekt ausbildet, genannt.

Bei den Verschleißuntersuchungen der Beschichtung wurden teils hohe Standardabweichung festgestellt, von bis zu 70%. (CrN/CrO 20 mm/s) Aus den Erkenntnissen der metallographischen Untersuchung des Substrates im Vergütungszustand und den optischen Analysen der Verschleißspuren wird als möglicher Grund die heterogene Struktur des Substrates angeführt. Lokale Karbidnester, wie in Abbildung 5-2 ersichtlich, unterscheiden sich in den mechanischen und chemischen Eigenschaften stark von den von stärkerem metallischem Charakter geprägten dendritischen Bereichen. Im Übergangsbereich zwischen den Phasen kommt es infolge von Mikrokerben zu einer Plastifizierung und einem Schichtversagen.

Auf Grundlage der gewonnenen Erkenntnisse wird das Konzept einer hybriden Oberflächenstruktur vorgeschlagen. Die untersuchten Stegoberkanten sind entsprechend der ermittelten Rauigkeitswerte einzustellen, um den Schneckenverschleiß zu minimieren. Die Oberfläche der Stegkanäle ist feiner zu schleifen, um die Kontaktfläche mit der Polymermasse möglichst gering zu halten.

**Tabelle 9:** Stift-Scheibe Universalparameter Gegenkörper HM-Stift Durchmesser 8mm Kugelförmig

	Substrat	Schicht- haftung	Schicht	Kombination
<b>Geschwindig- keit</b>	Niedrig	Niedrig	Hoch	Hoch
<b>Rauigkeit</b>	Niedrig	Niedrig	Niedrig	Hoch
<b>Last</b>	Hoch	Niedrig	Niedrig	Hoch

In Tabelle 9 sind die zu wählenden Einstellungen einzelner Untersuchungsparameter aufgeführt. Um das Substrat zu testen, wird eine niedrige Geschwindigkeit, eine niedrige Rauigkeit und eine hohe Last empfohlen.

### 8.2 Diskussion der Extrapolationsprüfung des tribologischen Systems

Die Kontaktfläche ist während der Einlaufphase zwischen den tribologischen Systemen des Stift-Rolle und des Stift-Scheibe Prüfstandes vergleichbar. Die technischen Oberflächen berühren sich lokal begrenzt und nicht über die gesamte mögliche Fläche. Dies ist auf Rauigkeitsspitzen, welche bei der Probenfertigung unweigerlich entstehen, zurückzuführen. Die Folge sind selektive punktuelle Belastungen an den Reibkontaktzonen. Die Änderung der Kontaktzonengeometrie, hin zu einer größeren Auflagefläche, da sich lokal die Rauigkeitsspitzen abtragen, lässt sich über eine Änderung des Reibwertes detektieren. In der Theorie zeigt der Stift-Rolle Verschleißstand eine größere Kontaktfläche auf, diese wird aber erst nach Abschluss des Einlaufverhalten erreicht. Das Einlaufverhalten wurde in dieser Untersuchung auf den ersten hundert Metern nicht abgeschlossen. An den Reibwerten ist zu erkennen, dass die untersuchten Schichten nach 100m Verschleißweg sich noch in der Einlaufphase befinden.

Die Reibwerte der Messungen mit einer Geschwindigkeit von 0,5 m/s bei der Stift-Rolle Prüfung zeigen bei beiden untersuchten Beschichtungen einen höheren Reibwert, als mit 1 mm/s. Die Unterschiede in den Reibwerten stellten sich nach durchlaufen der Einlaufphase ein, während der Einlaufphase wurde kein großer Unterschied festgestellt. Bei der Betrachtung der Gegenkörper aus 1.8550 wurde festgestellt, dass die schnelllaufenden Proben angelaufen sind, anhand der Färbung wurde eine Probentemperatur im Reibkontaktbereich von bis zu 600 °C bestimmt.

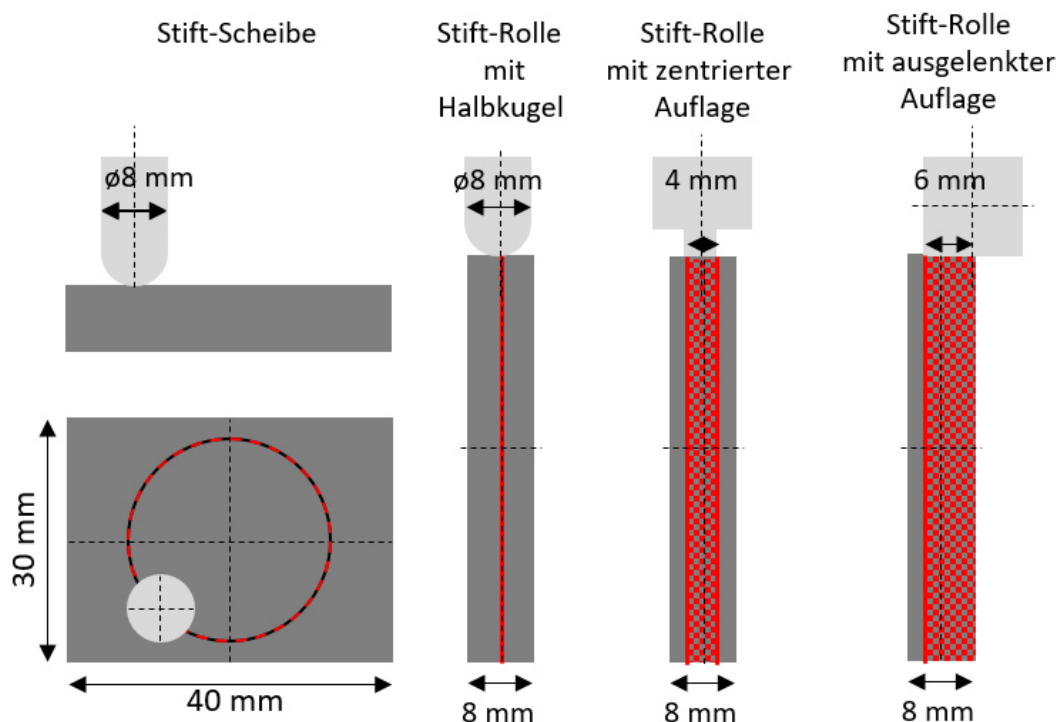
Eine Kollatiation der Stift-Scheibe Ergebnisse mit den vorher genannten Stift-Rolle Ergebnissen alterniert das Resultat. Während der Reibwert der Chromnitridbeschichtung mit der Prüfgeschwindigkeitszunahme ansteigt, zeigt die Titanaluminiumnitridbeschichtung eine Verringerung des Reibwertes mit steigender Geschwindigkeit. Dies ist multifaktoriell bedingt. Die Änderung der Probengeometrien und Kontaktzonenform zeigen entscheidenden Einfluss, was sich auch durch das Einlaufverhalten ausdrückt. Während des Einlaufverhaltens liegt nur ein geringer Unterschied in den gemessenen Reibwerten vor, nach Durchlaufen der Phase wächst die Divergenz an. Ein weiterer Einflussfaktor neben der Kontaktzonengeometrie ist der Gegenkörperwerkstoff. Der Materialabtrag im Stift-Scheibe Test setzt sich auf den Proben ab, ein Tribofilm bildet sich. Es wurde festgestellt, dass mit reduzierter Geschwindigkeit im Stift-Scheibe Test die Ausbrüche zunehmen, was auf eine verstärkte Oberflächenzerrüttung zurückzuführen ist.

Die Chromnitridbeschichtung zeigte auf den Stift-Scheibe Prüfungen einen ausgeprägten Tribofilm auf. Diese Ausbildung war geschwindigkeitsunabhängig. Bei der Stift-Rolle Prüfung wurde beobachtet, dass die höhere Prüfgeschwindigkeit zu einer starken Ausbildung des Tribofilmes führte, die niedrige Geschwindigkeit fast keinen Film ausbildete. Durch höhere Geschwindigkeit entsteht mehr Hitze im Reibkontakt, die Partikel haften aufgrund der thermischen Energie leichter an. (Adhäsion durch Diffusion). Dieser Adhäsionsanbindungseffekt ist größer als die durch die höhere Geschwindigkeit induzierte Schubspannung auf den Tribofilm, da bei 1 m/s ein ausgeprägterer Tribofilm detektiert wurde

als bei 0,5 m/s (siehe Oberflächenaufnahmen). Die Ausbildung des Tribofilms wird in Abbildung 8-1 erklärt.

Die Titanaluminiumnitridbeschichtung zeigte sehr starke Verschleißerscheinungen im Stift-Scheibe Test. Dort bildete sich kein schützender Tribofilm aus, auf den Probenoberflächen ist sehr starker Adhäsionsverschleiß zu erkennen. Dies spiegelt sich auch im stark erhöhten Reibwert der Stift-Scheibe Prüfung wieder. Die Stift-Rolle Proben zeigen nur geringe Verschleißerscheinungen, der Effekt des sich ausbildenden Tribofilms bei der hohen Prüfgeschwindigkeit statt. Die Ausbildung des Tribofilms wird in Abbildung 8-1 erklärt.

Um differenzieren zu können, ob es sich um einen Materialauftrag oder Materialabtrag handelt, ist eine Sichtung der mittels CLSM erstellten 3D-Topographienaufnahmen (Beispiel Abbildung 7-18) notwendig, da andernfalls keine valide Aussage getroffen werden kann. Die 3D-Topographienaufnahmen wurde in der vorliegenden Untersuchung erstellt. Es zeigt sich ein ausgebildeter Tribofilm, dessen Mechanismen zur Ausbildung im vorherigen Kapitel erläutert und in Abbildung 8-1 visualisiert werden. Die autogene Tribofilmbildung geht mit einem ausgeprägten Materialabtrag an den Stift-Gegenkörpern einher, vgl. dazu Abbildung 7-19 und Abbildung 7-25. Die entstandenen Partikel werden mit dem Polymer verarbeitet und können sich in den Oberflächenimperfectionen der Schneckenbeschichtung verhaken. Dort können Sie als Keimbildner für eine Belagbildung fungieren.



**Abbildung 8-2:** Vergleich der verschiedenen Probengeometrien und deren Prüffläche

In Abbildung 8-2 ist links die Prüfgeometrie der Stift-Scheibe dargestellt, der Prüfbereich ist rot eingezeichnet. Davon gefolgt wurden drei verschiedene Stift-Rolle Gegenkörper und deren rot markierte Prüfflächen aufgetragen. Für die vorangegangenen Prüfungen wurde die



Probengeometrie rechts mit ausgelenkter Auflage verwendet. Der volumetrische Abtrag der Systeme ist, entsprechend der Abbildung 8-2, schwer zu vergleichen, da die Kontaktzonen stark differenzieren. Nur die verwendete ausgelenkte Auflage ermöglicht eine Prüfung der Kanten, welche in der Praxis als erstes den Zylinder kontaktieren, [5].

Die in dieser Arbeit gewonnenen Kenntnisse in Bezug auf die Stift-Scheibe und Stift-Rolle Verschleißprüfung und entsprechende Probengeometrien sind in Tabelle 10 vermerkt.

**Tabelle 10:** Vorteile und Nachteile verschiedener adhäsiver Verschleißprüfungen und Probengeometrien

	<b>Stift-Scheibe mit Halbkugel</b>	<b>Stift-Rolle mit Halbkugel</b>	<b>Stift-Rolle mit zentrierter Auflage</b>	<b>Stift-Rolle mit ausgelenkter Auflage</b>
<b>Vorteile</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Einfache Probengeometrie</li> <li>- Viele Vergleichswerte in der Literatur</li> <li>- Kurze Messdauer für CLSM-Prüfung</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Auswurf aus System kann simuliert werden</li> <li>- Kurze Messdauer für CLSM-Prüfung</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Flächenpressung justierbar</li> <li>- Genaue Nachbildung des Tribosystems</li> <li>- Über gesamten Kontaktbereich konstante Prüfgeschwindigkeit</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Flächenpressung justierbar</li> <li>- Sehr genaue Nachbildung des Tribosystems</li> <li>- Kanten werden belastet</li> <li>- Über gesamten Kontaktbereich konstante Prüfgeschwindigkeit</li> </ul>
<b>Nachteile</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Flächenpressung nicht justierbar (da punktuell unendlich)</li> <li>- Ungenaue Nachbildung des Tribosystems</li> <li>- Bei Veränderung der Kontaktgeometrie differenzierte Geschwindigkeiten</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Flächenpressung nicht justierbar (da punktuell unendlich)</li> <li>- Keine Literaturdaten vorhanden</li> <li>- Ungenaue Nachbildung des Tribosystems</li> <li>- Bei Veränderung der Kontaktgeometrie differenzierte Geschwindigkeiten</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Sehr komplexe Probengeometrie</li> <li>- Keine Literaturdaten vorhanden</li> <li>- Lange Messdauer für CLSM-Prüfung</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Komplexe Probengeometrie</li> <li>- Keine Literaturdaten vorhanden</li> <li>- Sehr lange Messdauer für CLSM-Prüfung</li> </ul>

Die angeführten Punkte zeigen, dass eine individuelle und systemnahe Prüfung der Reibkontaktzonen notwendig ist. Die Verschleißbilder unterscheiden sich stark in Abhängigkeit der vorherrschenden Verschleißmechanismen.

## 9. Zusammenfassung

In der vorliegenden Arbeit wurde das Verschleißverhalten der an den Stegoberkannten eingesetzten Werkstoffpaarungen dünnfilmbeschichteter Einschnuckenextruder untersucht. Verwendet wurde der sekundärhärtende Kaltarbeitsstahl X155CrMoV12-1 in Verbindung mit mittels arc-PVD Verfahren applizierten hybriden Verschleißschutzschichten Chromnitrid, Chromnitrid/Chromoxid und Titanaluminiumnitrid auf Multilayerbasis. Geprüft wurde der Einfluss der Wärmebehandlung und der Beschichtung auf das Biegeverhalten, Möglichkeiten der Schichthaftungsoptimierung auf Grundlage der Adhäsionstheorie und die Extrapolation des tribologischen Verhaltens bezüglich Reibung und Verschleiß im Stift-Scheibe auf den Stift-Rolle Prüfstand. Die gewählten Prüfungen bilden die Beanspruchungen der Extrusionsschnecke während der Verarbeitung ungefüllter Polymere nach. Es wurden metallographische- und Oberflächenuntersuchungen durchgeführt. Die Oberflächenuntersuchungen erfolgten mittels Konfokallaserscanningmikroskop-Analyse, REM- und EDX-Analyse. Die Schichtnukleation wurde mittels FIB-Schneidetechnik untersucht.

Die vor Beginn der tribologischen Tests durchgeführten Ermüdungsuntersuchungen durch Biegebelastung zeigen, dass eine Vergütung unter Sekundärhärtetemperatur die Lebensdauer infolge des umklappenden Restaustenitanteils signifikant verringert. Der Vergütungszustand mit geringerem Härtegrad versagte bei geringerer Schwingenspielzahl. Die Simulation der thermischen Belastung während des Beschichtungsprozesses zeigte nur geringe Auswirkungen. Durch die Beschichtung des Substrates mittels der Beschichtung Chromnitrid wurde die Kerbwirkung stark erhöht. Die ertragbare Schwingenspielzahl verringerte sich um 90%.

Durch die Auswertung der tribologischen Versuche wurden die nachfolgenden grundlegenden Erkenntnisse durch diese Arbeit gewonnen:

- Der Einfluss der chemischen Bindungen auf die Schichthaftung wurde aufgezeigt. Dieser Effekt verdeutlichte sich bei sehr kohäsiven Beschichtungen, wie in dem Fall einer applizierten Titanlage. Bei der Überprüfung des Effektes am Beispiel einer CrN-Beschichtung zeigte sich, dass jedoch durch die mit niedrigerem Karbidanteil einhergehende geringere Härte die Oberflächeneindrückung („Eierschaleneffekt“) in Kombination mit der Oberflächenzerrüttung der vorherrschende Schädigungseffekt ist. Dies ist auch auf das Multilayerdesign zur Eigenspannungsreduzierung der Chromnitridbeschichtung zurückzuführen.
- Eine Oberflächenvorbereitung von mehr als  $R_z$  2  $\mu\text{m}$  und  $R_a$  0,2  $\mu\text{m}$  (entspricht 1200er Schleifpapier) führt zu keiner Verbesserung der Rauigkeit nach dem Beschichten mit CrN und CrN/CrO.
- Der Einfluss der mechanischen Bindungen wurde mittels verschiedener Oberflächenrauigkeiten simuliert. Die optimale Substratrauigkeit wurde bei  $R_z$  3,5  $\mu\text{m}$  und  $R_a$  0,4  $\mu\text{m}$  (Entspricht 220er Schleifpapier) für die CrN- und CrN/CrO-Beschichtung bestimmt. Der Verschleiß kann so um bis zu 50% verringert werden. Dies ist auf den

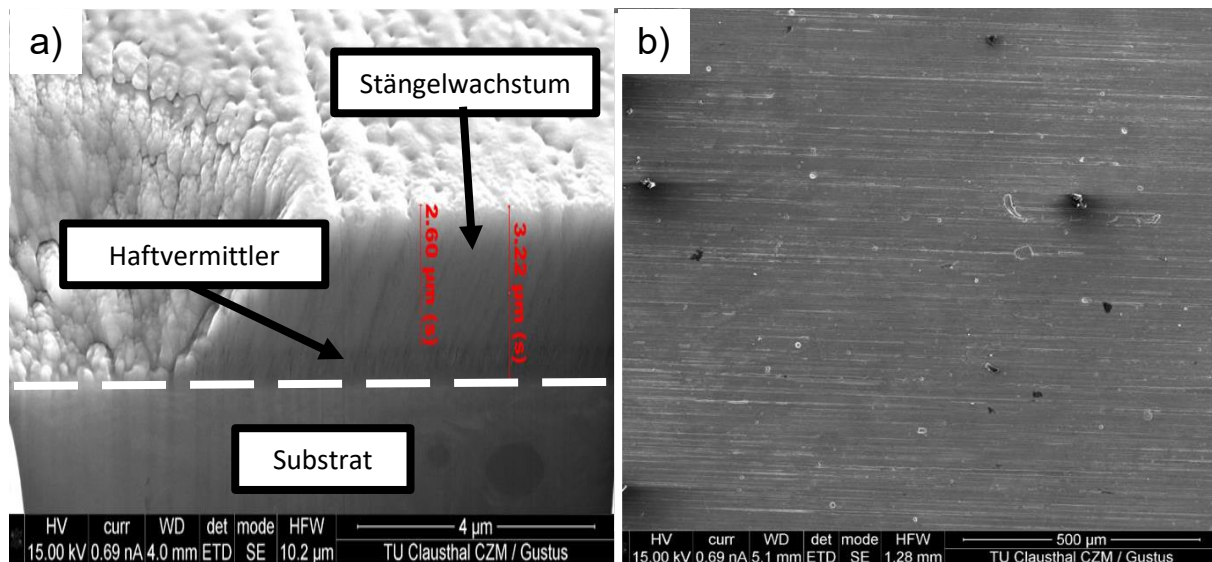
sich ausbildenden Tribofilm zurück zu führen, welcher die Oberfläche schützt und sich durch Abtrag am Gegenkörper ausbildet. Eine zu geringe Oberflächenrauigkeit führt zu wenig Abtrag und einer Penetration der Verschleißschuttschicht, auch wird der Stift nicht durch Rauigkeitsspitzen nach Durchdringen der Verschleißschuttschicht aus dieser ausgelenkt, sondern kann diese pflügend delaminieren. Eine zu hohe Rauigkeit führt zu einem Aus- bzw. Abbrechen der Rauigkeitsspitzen und erhöht ebenso den Materialabtrag.

- Bei unterschiedlichen Umfangsgeschwindigkeiten wurde die binäre CrN und die ternäre Titanaluminiumnitrid getestet. Es zeigte sich im Stift-Scheibe Versuch, dass durch Variation der Geschwindigkeit unterschiedliche Komponenten des Substratschichtverbundes belastet werden. Mit 20 mm/s wird das Substrat stärker belastet, was sich durch eine vergrößerte Anzahl an Ausbrüchen abbildet. Durch hohe Geschwindigkeiten (60 mm/s) konnte die Belastung gezielt auf die Beschichtung ausgerichtet werden.
- Bei einer Geschwindigkeit von 0,5 m/s im Stift-Rolle Prüfstand wurde der Stift stark abgetragen, jedoch der Abtrag aus dem System ausgeworfen. Es bildete sich kein schützender und verschleißminimierender Tribofilm. Bei einer Prüfgeschwindigkeit von 1 m/s kommt es zu einer hohen Temperaturentwicklung. Die Temperatur induziert die Anhaftung des Tribofilms und senkt somit den Verschleiß. Dieses Verhalten wurde bei beiden geprüften Schichten validiert. Eine generelle Extrapolation ist somit nicht möglich.
- Aus der Literatur ist bekannt, dass der passivierende Schutz durch die keramische Beschichtung degeneriert und die Anhaftung durch Eisenatome begünstigt werden. Eine Erklärung dafür ist, dass in den ausgebrochenen Droplets der Abtrag des Stiftes anlagert wird. Diese Tribofilmwachstumsnester sind auf den CLSM Aufnahmen nach 100 Metern Verschleißweg gut sichtbar. Nach 1000 Metern waren die Proben mit einem homogen deckenden Film überzogen. Die Anzahl der Nester steigt mit zunehmender Standzeit an, wodurch auch die zunehmende Zahl an im Produkt entstehenden Imperfektionen über die steigende Laufzeit der Schnecke zu erklären sein könnte.

Die in dieser Arbeit durchgeführten Experimente belegen die Notwendigkeit der spezifischen Auswahl und Einstellung des Substrates und der Oberflächenrauigkeiten nach dem vorherrschenden tribologischen System. Durch die Optimierung dieser Einstellungen kann die Laufzeit sehr stark erhöht werden.

## 10. Ausblick

In dem vorherigen Kapiteln (Abschnitt 8.2 & 9) wurden auf die Anlagerungen von Materialabtrag in den Oberflächenimperfectionen der Chromnitridbeschichtung eingegangen. Eine Reduzierung mittels einer Verfahrensvariante, dem sogenannten DCMS PVD Verfahren (Abschnitt 3.6.2.2) verspricht eine Reduzierung der Fehlstellen. Erste Proben wurden entsprechend beschichtet.



**Abbildung 10-1:** a) REM Aufnahme der Chromnitrid DCMS unterstützt durch FIB-Schnidetechnik (GPW) b) REM Aufnahme Oberfläche Chromnitridbeschichtung

In der Abbildung 10-1 sind REM Aufnahmen der DCMS abgeschiedenen Schicht zu sehen. Teil a) wurde durch einen FIB Schnitt unterstützt. Deutlich hebt sich die Beschichtung vom Substrat ab, die gradierte Haftvermittlerschicht ist dunkel zu erkennen. Ein ausgeprägtes Stängelwachstum ist sichtbar. Durch Variierung der Prozessparameter wie zum Beispiel der Prozessparameter kann die Ausprägung des Stängelwachstums verringert und die Oberfläche homogenisiert werden (Abschnitt 3.6.3). Eine weitere Optimierung besteht in dem Aufbau eines Multilayers, die Vorteile wurden bereits beschrieben (Abschnitt 3.6.6). In Teil b) ist die Oberfläche abgebildet. Es sind nur wenige Oberflächenimperfectionen erkennbar, die angestrebte Verringerung der Dropletzahl wurde umgesetzt. Die erkennbaren Fehlstellen lassen sich durch eine weitere Fertigungs- und Prozessoptimierung weiter verringern.

---

## Literaturverzeichnis

- [1] Statista, Verteilung der weltweiten Kunststoffproduktion nach Regionen 2018 | Statista. [Online]. Available: <https://de.statista.com/statistik/daten/studie/244172/umfrage/verteilung-der-weltweiten-kunststoffproduktion-nach-regionen/> (accessed: Nov. 22 2020).
- [2] H. Domininghaus, P. Elsner, P. Eyerer, and T. Hirth, *Kunststoffe*. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2012.
- [3] Alex Ning, "Plastic vs. Glass Optics: Factors to Consider: part of SPIE "Precision Plastic Optics" short course note," 17 Nov., 1998. <https://docplayer.net/53089348-Plastic-vs-glass-optics-factors-to-consider-part-of-spie-precision-plastic-optics-short-course-note.html>
- [4] G. Katzer and F. Katzer, *Chemisches Grundwissen für technische Berufe*. Hamburg: Verl. Handwerk & Technik, 1995.
- [5] G. Mennig and M. Lake, *Verschleißminimierung in der Kunststoffverarbeitung: Phänomene und Schutzmaßnahmen*, 2nd ed. München: Hanser, 2008.
- [6] M. Sonnenberg, "Wechselwirkung von Polycarbonat-Schmelze mit Werkzeug-Oberflächen als Ursache der Belagbildung in Kunststoffverarbeitungsmaschinen," *Universitätsbibliothek Der TU Clausthal*, 2019.
- [7] E. Macherauch and H.-W. Zoch, Eds., *Praktikum in Werkstoffkunde*. Wiesbaden: Springer Fachmedien Wiesbaden, 2019.
- [8] W. Tillmann, M. Dildrop, and T. Sprute, "Influence of nitriding parameters on the tribological properties and the adhesion of Ti- and Cr-based multilayer designs," *Surface and Coatings Technology*, vol. 260, pp. 380–385, 2014, doi: 10.1016/j.surfcoat.2014.09.017.
- [9] M. Heinze, "Einsatzmöglichkeiten von PVD-Hartstoffschichten in Kunststoff-Verarbeitungsmaschinen," (in de;en), *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik*, vol. 26, no. 10, pp. 539–543, 1995.
- [10] M. Heinze, "Einsatzmöglichkeiten von PVD-Hartstoffschichten in Kunststoff-Verarbeitungsmaschinen," *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik*, vol. 26, no. 10, pp. 539–543, 1995.
- [11] M. Heinze, "Wear resistance of hard coatings in plastics processing," *Surface and Coatings Technology*, vol. 1998, no. 105, pp. 38–44, 1997.
- [12] M. Cremer, E. Broszeit, G. Berg, and M. Heinze, "Schichten in der Kunststoffverarbeitung: Mittels MSPVD abgeschiedene CrxN-Schichten eröffnen neue Möglichkeiten für den Verschleißschutz von Plastifiziereinheiten," *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik*, vol. 29, no. 9, pp. 555–561, 1998.
- [13] A. Limper, Ed., *Verfahrenstechnik der Thermoplastextrusion*. München: Hanser, 2013.
- [14] W. Michaeli, *Einführung in die Kunststoffverarbeitung*, 6th ed. München: Hanser, 2010.
- [15] C. Bonten, *Kunststofftechnik: Einführung und Grundlagen ; [extra, mit kostenlosem E-Book]*. München: Hanser, 2014.

- 
- [16] H. Uetz and W. Berndgen, *Abrasion und Erosion: Grundlagen, betriebliche Erfahrungen, Verminderung*; 98 Tabellen. München: Hanser, 1986.
- [17] H. Czichos and K.-H. Habig, Eds., *Tribologie-Handbuch: Tribometrie, Tribomaterialien, Tribotechnik*, 4th ed. Wiesbaden: Springer Vieweg, 2015.
- [18] V. Popov, *Kontaktmechanik und Reibung: Von der Nanotribologie bis zur Erdbebendynamik*. Berlin, Heidelberg, GERMANY: Springer Vieweg, 2016.
- [19] *Fertigungsverfahren 4: Umformen*, 6th ed. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2017.
- [20] T. Neudecker, *Tribologische Eigenschaften keramischer Blechumformwerkzeuge: Einfluss einer Oberflächenendbearbeitung mittels Excimerlaserstrahlung*. Bamberg: Meisenbach, 2004.
- [21] E. Macherauch and H.-W. Zoch, "V89 Reibung und Verschleiß," in *Praktikum in Werkstoffkunde: 95 ausführliche Versuche aus wichtigen Gebieten der Werkstofftechnik*, E. Macherauch and H.-W. Zoch, Eds., 12th ed., Wiesbaden: Springer Fachmedien Wiesbaden, 2014, pp. 701–707. [Online]. Available: [https://doi.org/10.1007/978-3-658-05038-2\\_89](https://doi.org/10.1007/978-3-658-05038-2_89)
- [22] *Verschleiß Metallischer Werkstoffe*, 3rd ed. [s.l.]: Springer Vieweg, 2018.
- [23] W. Tysoe, "On Stress-Induced Tribochemical Reaction Rates," *Tribol Lett*, vol. 65, no. 2, p. 172, 2017, doi: 10.1007/s11249-017-0832-x.
- [24] W. Steinhilper and B. Sauer, *Konstruktionselemente des Maschinenbaus 1*. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2008.
- [25] Mahr GmbH, *Oberflächenkenngrößen.*, Available: [www.mahr.de/mahrparameter](http://www.mahr.de/mahrparameter) (accessed: Nov. 22 2020)
- [26] F.-W. Bach, K. Möhwald, A. Laarmann, and T. Wenz, Eds., *Moderne Beschichtungsverfahren*, 2nd ed. Weinheim: Wiley-VCH, 2006.
- [27] DIN 28400-1:1990-05: *Vakuumtechnik; Benennung und Definitionen; Allgemeine Benennungen*, DIN 28400.
- [28] H. Hetzner, *Systematische Entwicklung amorpher Kohlenstoffschichten unter Berücksichtigung der Anforderungen der Blechmassivumformung*. [Online]. Available: <https://opus4.kobv.de/opus4-fau/frontdoor/index/index/docId/5004>
- [29] D. M. Mattox, *Handbook of physical vapor deposition (PVD) processing*, 2nd ed. Norwich, N.Y., Oxford: William Andrew; Elsevier Science [distributor], 2010.
- [30] *Arbeitsbuch zur Theoretischen Physik: Repetitorium und Übungsbuch*, 3rd ed. Heidelberg: Spektrum Akademischer Verlag, 2012.
- [31] A. Baptista, F. Silva, J. Porteiro, J. Míguez, and G. Pinto, "Sputtering Physical Vapour Deposition (PVD) Coatings: A Critical Review on Process Improvement and Market Trend Demands," *Coatings*, vol. 8, no. 11, p. 402, 2018, doi: 10.3390/coatings8110402.
- [32] H. Murrenhoff, *Umweltverträgliche Tribosysteme*. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2010.
- [33] W. König, R. Fritsch, O. Knotek, and G. Krämer, "Arc-PVD-Beschichtung von Hartmetallen und Analyse des funktionellen Verhaltens beim Zerspanen im unterbrochenen Schnitt,"
-



---

Materialwissenschaft und Werkstofftechnik, vol. 24, 3-4, pp. 131–141, 1993, doi: 10.1002/mawe.19930240312.

- [34] E. Wintermantel and S.-W. Ha, Eds., *Medizintechnik*. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2009.
- [35] P.J. Kelly and R.D. Arnell, “Magnetron sputtering: a review of recent developments and applications,” *Vacuum*, vol. 56, no. 3, pp. 159–172, 2000, doi: 10.1016/S0042-207X(99)00189-X.
- [36] M. Henzler and W. Göpel, *Oberflächenphysik der Festkörper*. Stuttgart: B. G. Teubner, 1991.
- [37] C. Hammond, *The basics of crystallography and diffraction*, 2nd ed. [Erscheinungsort nicht ermittelbar]: International Union of Crystallography, 2001.
- [38] “One-dimensional dislocations. I. Static theory,” *Proc. R. Soc. Lond. A*, vol. 198, no. 1053, pp. 205–216, 1949, doi: 10.1098/rspa.1949.0095.
- [39] I. N. Stranski and L. Krastanow, “Zur Theorie der orientierten Ausscheidung von Ionenkristallen aufeinander,” *Monatshefte für Chemie*, vol. 71, no. 1, pp. 351–364, 1937, doi: 10.1007/BF01798103.
- [40] M. Volmer and A. Weber, “Keimbildung in übersättigten Gebilden,” *Zeitschrift für Physikalische Chemie*, 119U, no. 1, 1926, doi: 10.1515/zpch-1926-11927.
- [41] Rami Khazaka, *From atomic level investigations to membrane architecture: An in-depth study of the innovative 3C-SiC/Si/3C-SiC/Si heterostructure*, 2016. [Online]. Available: [https://www.researchgate.net/publication/311451354\\_From\\_atomic\\_level\\_investigations\\_to\\_membrane\\_architecture\\_An\\_in-depth\\_study\\_of\\_the\\_innovative\\_3C-SiC/Si/3C-SiC/Si\\_heterostructure](https://www.researchgate.net/publication/311451354_From_atomic_level_investigations_to_membrane_architecture_An_in-depth_study_of_the_innovative_3C-SiC/Si/3C-SiC/Si_heterostructure)
- [42] B. Podgornik, S. Hogmark, and O. Sandberg, “Influence of surface roughness and coating type on the galling properties of coated forming tool steel,” *Surface and Coatings Technology*, vol. 184, 2-3, pp. 338–348, 2004, doi: 10.1016/j.surfcoat.2003.11.002.
- [43] A. D. B.A. Movchan, “Study of the structure and properties of thick vacuum condensates of nickel, titanium, tungsten, aluminum oxide and zirconium oxide,” *Phys. Met. Metalogr.* (Translation), no. 28, 1969.
- [44] K. Pantke, *Entwicklung und Einsatz eines temperatursensorischen Beschichtungssystems für Zerspanwerkzeuge*. Essen: Vulkan, 2012.
- [45] K.-H. Müller, “Monte Carlo calculation for structural modifications in ion-assisted thin film deposition due to thermal spikes,” *Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films*, vol. 4, no. 2, pp. 184–188, 1986, doi: 10.1116/1.573468.
- [46] H.W. Wang, M.M. Stack, S.B. Lyon, P. Hovsepian, and W.-D. Münz, “The corrosion behaviour of macroparticle defects in arc bond-sputtered CrN/NbN superlattice coatings,” *Surface and Coatings Technology*, vol. 126, 2-3, pp. 279–287, 2000, doi: 10.1016/S0257-8972(00)00554-5.
- [47] E. Lugscheider, C. Barimani, C. Wolff, S. Guerreiro, and G. Doepper, “Comparison of the structure of PVD-thin films deposited with different deposition energies,” *Surface and Coatings Technology*, 86-87, pp. 177–183, 1996, doi: 10.1016/S0257-8972(96)03041-1.

- 
- [48] Kohäsionskräfte, Chemische Gasphasenabscheidung (CVD) von keramischen Verschleißschutzschichten auf Basis von Chromcarbid und Titancarbid. Erlangen: Kohäsionskräfte, 2004.
- [49] Jörn Großmann, Einfluß von Plasmabehandlungen auf die Haftfestigkeit vakuumtechnisch hergestellter Polymer-Metall-Verbunde. Erlangen, 2009.
- [50] H. Holleck, "BASIC PRINCIPLES OF SPECIFIC APPLICATIONS OF CERAMIC MATERIALS AS PROTECTIVE LAYERS," *Surface and Coatings Technology*, vol. 1990, 43/44, pp. 245–258.
- [51] Festkörperphysik. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2009.
- [52] Henning Gleich, Zusammenhang zwischen Oberflächenenergie und Adhäsionsvermögen von Polymerwerkstoffen am Beispiel von PP und PBT und deren Beeinflussung durch die Niederdruck-Plasmatechnologie. Duisburg, 2004.
- [53] E. Riedel and H.-J. Meyer, *Allgemeine und anorganische Chemie: [68 Tabellen]*, 11th ed. Berlin [u.a.]: de Gruyter, 2013.
- [54] P. Kurz, D. Gudat, H.-J. Meyer, and C. Janiak, *Riedel Moderne Anorganische Chemie*: de Gruyter.
- [55] H.K. Tönshoff, C. Blawit, K.T. Rie, and A. Gebauer, "Effects of surface properties on coating adhesion and wear behaviour of PACVD-coated cermets in interrupted cutting," *Surface and Coatings Technology*, vol. 97, 1-3, pp. 224–231, 1997.
- [56] H. Simon and M. Thoma, *Angewandte Oberflächentechnik für metallische Werkstoffe: Eignung, Verfahren, Prüfung*. München, Wien: Hanser, 1985.
- [57] R.R.M. de Sousa, F. O. de Araújo, L. C. Gontijo, J.A.P. da Costa, and C. Alves, "Cathodic cage plasma nitriding (CCPN) of austenitic stainless steel (AISI 316): Influence of the different ratios of the (N<sub>2</sub>/H<sub>2</sub>) on the nitrided layers properties," *Vacuum*, vol. 86, no. 12, pp. 2048–2053, 2012, doi: 10.1016/j.vacuum.2012.05.008.
- [58] H. K. Tönshoff and A. Mohlfeld, "Surface treatment of cutting tool substrates," *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, vol. 38, 5-6, pp. 469–476, 1998, doi: 10.1016/S0890-6955(97)00091-6.
- [59] H.K. Tönshoff, B. Karpuschewski, A. Mohlfeld, and H. Seegers, "Influence of subsurface properties on the adhesion strength of sputtered hard coatings," *Surface and Coatings Technology*, 116-119, pp. 524–529, 1999, doi: 10.1016/S0257-8972(99)00226-1.
- [60] D. Neves, A. E. Diniz, and M. S. F. Lima, "Microstructural analyses and wear behavior of the cemented carbide tools after laser surface treatment and PVD coating," *Applied Surface Science*, vol. 282, pp. 680–688, 2013.
- [61] T. Huben and J. Becker, "Kohlenstoffbasierte Beschichtungen für automotive-Komponenten," *Vakuum in Forschung und Praxis*, vol. 24, no. 2, pp. 6–13, 2012, doi: 10.1002/vipr.201200486.
- [62] OC Oerlikon Balzers AG, *Beschichtete Bauteile: Leistungsfähiger und zuverlässiger*. LI-9496 Balzers: Oerlikon Balzers Headquarters, 2008.
- [63] J. H. Wijngaard and A. Schütze, "Entwicklungen und Trends in der Beschichtungsindustrie/Developments and trends in the coating industry," *VIP*, vol. 15, no. 4, pp. 194–197, 2003, doi: 10.1002/vipr.200300187.
-

- 
- [64] X. Zha, F. Jiang, and X. Xu, "Investigating the high frequency fatigue failure mechanisms of mono and multilayer PVD coatings by the cyclic impact tests," *Surface and Coatings Technology*, vol. 344, pp. 689–701, 2018, doi: 10.1016/j.surfcoat.2018.03.101.
- [65] T. Sander, *Ein Beitrag zur Charakterisierung und Auslegung des Verbundes von Kunststoffsubstraten mit harten Dünnschichten*. Erlangen: FAU University Press, 2020.
- [66] R. Koch, "Stress in Evaporated and Sputtered Thin Films – A Comparison," *Surface and Coatings Technology*, vol. 204, 12-13, pp. 1973–1982, 2010.
- [67] Urban Wiklund \*, Per Hedenqvist, Sture Hogmark, "Multilayer cracking resistance in bending,"
- [68] P. Panjan et al., "Oxidation resistance of CrN/(Cr,V)N hard coatings deposited by DC magnetron sputtering," *Thin Solid Films*, vol. 591, pp. 323–329, 2015, doi: 10.1016/j.tsf.2015.05.010.
- [69] K.-D. Bouzakis et al., "Adaption of graded Cr/CrN-interlayer thickness to cemented carbide substrates' roughness for improving the adhesion of HPPMS PVD films and the cutting performance," *Surface and Coatings Technology*, vol. 205, no. 5, pp. 1564–1570, 2010, doi: 10.1016/j.surfcoat.2010.09.010.
- [70] Otmar Zimmer, "Harte Schichten > 20 µm - neue Möglichkeiten für die Dünn-schichttechnik," *Fraunhofer-Institut für Werkstoff- und Strahltechnik IWS Dresden* 2009, vol. 2008, p. 74, 2009.
- [71] M. Nordin, M. Larsson, and S. Hogmark, "Mechanical and tribological properties of multilayered PVD TiN/CrN," *Wear*, vol. 232, no. 2, pp. 221–225, 1999, doi: 10.1016/S0043-1648(99)00149-0.
- [72] M. Larsson, M. Bromark, P. Hedenqvist, and S. Hogmark, "Deposition and mechanical properties of multilayered PVD Ti–TiN coatings," *Surface and Coatings Technology*, 76-77, pp. 202–205, 1995, doi: 10.1016/0257-8972(95)02589-8.
- [73] N. N. Greenwood and A. Earnshaw, *Chemie der Elemente*, 1st ed. Weinheim, Basel (Schweiz), Cambridge, New York, NY: VCH, 1990.
- [74] Z. K. Chang, X. S. Wan, Z. L. Pei, J. Gong, and C. Sun, "Microstructure and mechanical properties of CrN coating deposited by arc ion plating on Ti6Al4V substrate," *Surface and Coatings Technology*, vol. 205, no. 19, pp. 4690–4696, 2011, doi: 10.1016/j.surfcoat.2011.04.037.
- [75] Y. Liu et al., "The hardness mechanism and bonding properties of CrN<sub>2</sub>: A first principle study," *Computational Materials Science*, vol. 158, pp. 282–288, 2019, doi: 10.1016/j.commatsci.2018.11.014.
- [76] crn\_x.gif (GIF-Grafik, 593 × 572 Pixel) (accessed: Nov. 17 2020).
- [77] Stefanie Charlotte Spitz, "Aufbau und Eigenschaften von PVD-Hartstoffschichten in den Systemen Cr-Zr-O und Cr-Zr-O-N," vol. 2016.
- [78] E. Staskewitsch, *Anisotropes Festigkeitsverhalten bei Kurz- und Langzeitbeanspruchung eines hochfesten austenitischen Stahls nach Kaltumformen*. Zugl.: Aachen, Techn. Hochsch., Diss. Düsseldorf: VDI-Verlag, 1981.
- [79] L. Cunha, M. Andritschky, K. Pischow, and Z. Wang, "Microstructure of CrN coatings produced by PVD techniques," *Thin Solid Films*, 355-356, pp. 465–471, 1999.
-

- 
- [80] E. M. Slomski, H. Scheerer, T. Troßmann, and C. Berger, "Einfluss der HiPIMS-Parameter beim PVD-Verfahren," *Vakuum in Forschung und Praxis*, vol. 22, no. 4, pp. 22–25, 2010, doi: 10.1002/vipr.201000428.
- [81] Herbert Scheerer, Entwicklung eines mikrostrukturellen Konzepts zur Unterdrückung der Wirkung von Wachstumsfehlern bei PVD-Beschichtungen: Arbeitsbericht. Anlage zum Fortsetzungsantrag DFG SCHE 1423 4-1: Technische Universität Darmstadt, Staatliche Materialprüfungsanstalt Darmstadt (MPA), Fachgebiet und Institut für Werkstoffkunde (IfW), 2014.
- [82] E. Martínez, J. Romero, A. Lousa, and J. Esteve, "Wear behavior of nanometric CrN/Cr multilayers," *Surface and Coatings Technology*, 163-164, pp. 571–577, 2003, doi: 10.1016/S0257-8972(02)00664-3.
- [83] Y. L. Hsu, C. H. Lee, S. M. Chiu, Y. C. Sung, K. Y. Yang, and C. W. Chu, "Anti-Sticking Properties of PVD CrWN<sub>x</sub>, CrO<sub>x</sub> and ZrO<sub>x</sub> Coatings on Medical Electrode Application," *Diffusion in Solids and Liquids V*, 297-301, pp. 656–663, 2010, doi: 10.4028/www.scientific.net/DDF.297-301.656.
- [84] Chromoxide - RÖMPP, Thieme. [Online]. Available: <https://roempp.thieme.de/lexicon/RD-03-01748> (accessed: Nov. 19 2020).
- [85] Y. Ren et al., "Influence of oxygen adsorption on the chemical stability and conductivity of transition metal ceramic coatings: First-principle calculations," *Applied Surface Science*, vol. 495, p. 143530, 2019.
- [86] T. Hornig, Entwicklung von Werkstoffverbunden für den Einsatz in Thixoformingwerkzeugen für die Aluminium- und Stahlverarbeitung, 1st ed. Aachen: Mainz, 2002.
- [87] K. Bobzin, E. Lugscheider, R. Nickel, and P. Immich, "(Cr<sub>1-x</sub>Al<sub>x</sub>)N ein Review über ein vielseitig einsetzbares Schichtsystem," *Mat.-wiss. u. Werkstofftech.*, vol. 37, no. 10, pp. 833–841, 2006, doi: 10.1002/mawe.200600048.
- [88] M. Brizuela et al., "Magnetron sputtering of Cr(Al)N coatings: Mechanical and tribological study," *Surface and Coatings Technology*, vol. 200, 1-4, pp. 192–197, 2005, doi: 10.1016/j.surfcoat.2005.02.105.
- [89] H. J. Scholl, Ein Beitrag zur Abscheidung nitridischer Hartstoffschichten mittels PVD-Arc-Ion-Plating, 1st ed. Aachen: Mainz, 1993.
- [90] N. Bagcivan, K. Bobzin, T. Brögelmann, and C. Kalscheuer, "Development of (Cr,Al)ON coatings using middle frequency magnetron sputtering and investigations on tribological behavior against polymers," *Surface and Coatings Technology*, vol. 260, pp. 347–361, 2014, doi: 10.1016/j.surfcoat.2014.09.016.
- [91] K. Bobzin, G. Grundmeier, T. Brögelmann, T. de los Arcos, M. Wiesing, and N. C. Kruppe, "Nitridische und oxinitridische HPPMS-Beschichtungen für den Einsatz in der Kunststoffverarbeitung (Teil 2)," *Vakuum in Forschung und Praxis*, vol. 29, no. 1, pp. 24–28, 2017.
- [92] W. Michaeli, K. Bobzin, S. Hessner, A. Neuss, and F. Manz, "PVD-Beschichtungen auf Plastifizierschnecken," *Kunststoffe*, vol. 8, no. 8, pp. 66–68, 2006.
- [93] U. Zwicker, Titan und titanlegierungen. [Place of publication not identified]: Springer, 2014.
-

- 
- [94] Rainer Cremer, Mirjam Witthaut, Alexander von Richthofen, Dieter Neuschütz, "Determination of the cubic to hexagonal structure transition in the metastable system TiN-Al," in *Fresenius J Anal Chem*, pp. 642–664.
- [95] W. Z. Shanyong Zhang, "TiN coating of tool steels a review," *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 1993, no. 39, pp. 165–177, 1993.
- [96] R. BUHL, H. K. PULKER AND E. MOLL, "TiN COATINGS ON STEEL,"
- [97] K. Bobzin, R. Nickel, N. Bagcivan, and F. D. Manz, "PVD—Coatings in Injection Molding Machines for Processing Optical Polymers," *Plasma Processes Polym.*, vol. 4, S1, S144-S149, 2007.
- [98] K. Bobzin et al., "Pulsed Nanocomposite TiAlN Coatings on Complex Shaped Tools for High Performance Cutting Operations," *Plasma Processes Polym.*, vol. 4, S1, S673-S676, 2007.
- [99] W. Tillmann and M. Dildrop, "Influence of bias voltage and sputter mode on the coating properties of TiAlSiN," *Mat.-wiss. u. Werkstofftech.*, vol. 48, no. 9, pp. 855–861, 2017, doi: 10.1002/mawe.201600731.
- [100] K. Bobzin, N. Bagcivan, P. Immich, S. Bolz, H. G. Fuß, and R. Cremer, "Properties of (Ti,Al,Si)N coatings for high demanding metal cutting applications deposited by HPPMS in an industrial coating unit," *Plasma Processes Polym.*, vol. 6, S1, S124-S128, 2009, doi: 10.1002/ppap.200930408.
- [101] A. Alberdi, M. Marín, B. Díaz, O. Sánchez, and R. Escobar Galindo, "Wear resistance of titanium–aluminium–chromium–nitride nanocomposite thin films," *Vacuum*, vol. 81, 11-12, pp. 1453–1456, 2007, doi: 10.1016/j.vacuum.2007.04.024.
- [102] M. Keunecke, C. Stein, K. Bewilogua, W. Koelker, D. Kassel, and H. van den Berg, "Modified TiAlN coatings prepared by d.c. pulsed magnetron sputtering," *Surface and Coatings Technology*, vol. 205, no. 5, pp. 1273–1278, 2010, doi: 10.1016/j.surfcoat.2010.09.023.
- [103] K. Bobzin, G. Grundmeier, T. Brögelmann, T. de los Arcos, M. Wiesing, and N. C. Kruppe, "Nitridische und oxinitridische HPPMS-Beschichtungen für den Einsatz in der Kunststoffverarbeitung (Teil 1)," *Vakuum in Forschung und Praxis*, vol. 28, no. 6, pp. 28–33, 2016, doi: 10.1002/vipr.201600632.
- [104] D. Spaltmann et al., "Schäden wälzbeanspruchter DLC-Schichten auf Stahlsubstraten unterschiedlicher Härte," (in de;en), *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik*, vol. 36, no. 2, pp. 62–68, 2005, doi: 10.1002/mawe.200400850.
- [105] J. Senf et al., "Beanspruchungsverhalten von PVD-CrN Beschichtungen auf Leichtmetallwerkstoffen," (in de;en), *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik*, vol. 29, no. 1, pp. 9–15, 1998, doi: 10.1002/mawe.19980290105.
- [106] K. Lange and A. Hettig, *Einflußgrößen auf den Werkzeugbruch beim Voll-Vorwärts-Fließpressen*. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 1990.
- [107] Uddeholm, *LIEFERPROGRAMM KALTARBEITSSTÄHLE PULVERMETALLURGISCHE STÄHLE: voestalpine High Performance Metals*, 2019.
- [108] *Begriffsbestimmung für die Einteilung der Stähle*, Deutsche Fassung EN 10020:2000.
- [109] M. Bonnet, *Wiley-Schnellkurs Werkstoffkunde*, 1st ed. Weinheim: Wiley, 2017.
-

- 
- [110] K. Nothhaft, Scherschneiden höchstfester Blechwerkstoffe im offenen Schnitt. München: Lehrstuhl für Umformtechnik und Gießereiwesen der Technischen Universität München, 2014.
- [111] Deutsche Edelstahlwerke, D\_Cryodur2379. [Online]. Available: [https://www.dew-stahl.com/fileadmin/files/dew-stahl.com/documents/Publikationen/Werkstoffdatenblaetter/Werkzeugstahl/Kaltarbeitsstahl/D\\_Cryodur2379.pdf](https://www.dew-stahl.com/fileadmin/files/dew-stahl.com/documents/Publikationen/Werkstoffdatenblaetter/Werkzeugstahl/Kaltarbeitsstahl/D_Cryodur2379.pdf)
- [112] Dipl.-Wirt.-Ing. Carsten Müller-Bollenhagen, Verformungsinduzierte Martensitbildung bei mehrstufiger Umformung und deren Nutzung zur Optimierung der HCF- und VHCF-Eigenschaften von austenitischem Edelstahlblech. Siegen: Lehrstuhl für Materialkunde und Werkstoffprüfung, 2011.
- [113] S. E. MASON and R. D. RAWLINGS, "Structure and hardness of Ni-Mo-Cr-Si wear and corrosion resistant alloys," *Materials Science and Technology*, vol. 1989.
- [114] G. Schulze, Die Metallurgie des Schweißens: Eisenwerkstoffe - Nichteisenmetallische Werkstoffe, 4th ed. Berlin, Heidelberg: Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2010.
- [115] G. R. Speich and W. C. Leslie, "Tempering of steel," *MT*, vol. 3, no. 5, pp. 1043–1054, 1972, doi: 10.1007/BF02642436.
- [116] Johanning Stahl | Werkzeugstahlhandel | 32602 Vlotho, 1.2379 – Kaltarbeitsstahl | Johanning Stahl | Werkzeugstahlhandel | 32602 Vlotho. [Online]. Available: <https://www.johanning-stahl.de/produkte/praezisionsflachstahl/1-2379-kaltarbeitsstahl/> (accessed: Mar. 16 2021).
- [117] Paulos Gorfou, Untersuchung von Dünnschichtsystemen mittels Elektronenstrahl-Mikroanalyse, 2009.
- [118] D. Gross and T. Seelig, Bruchmechanik: Mit einer Einführung in die Mikromechanik, 5th ed. Berlin, Heidelberg: Springer, 2011.
- [119] E. Haibach, Betriebsfestigkeit: Verfahren und Daten zur Bauteilberechnung, 3rd ed. Berlin: Springer, 2006.
- [120] A. Weiß, H. Gutte, A. Jahn, and P.R. Scheller, "Nichtrostende Stähle mit TRIP/TWIP/SBIP-Effekt," (in de;en), *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik*, vol. 40, no. 8, pp. 606–611, 2009, doi: 10.1002/mawe.200800361.
- [121] K. A. Pischow, L. Eriksson, E. Harju, A. S. Korhonen, and E. O. Ristolainen, "The influence of titanium interlayers on the adhesion of PVD TiN coatings on oxidized stainless steel substrates," *Surface and Coatings Technology*, vol. 58, no. 3, pp. 163–172, 1993.
- [122] R. Cai, J. Zhang, X. Nie, J. Tjong, and D.T.A. Matthews, "Wear mechanism evolution on brake discs for reduced wear and particulate emissions," *Wear*, 452-453, p. 203283, 2020.



---

## Abbildungsverzeichnis

<b>Abbildung 2-1:</b> a) Beschichtete Extrusionsschnecke b) Stegkannte .....	3
<b>Abbildung 3-1:</b> Belagbildung an einem Werkzeugdorn [6] .....	6
<b>Abbildung 3-2:</b> Bauarten der Schneckenmaschinen [13] .....	7
<b>Abbildung 3-3:</b> Druckaufbau im Einschneckenextruder: Glattrohrextruder (links), Nutbuchsenextruder (rechts) [15] .....	8
<b>Abbildung 3-4:</b> Adhäsive Verschleißerscheinungen an einem nitrierten 1.8550-Stahl a) Übersichtsaufnahme b) Vergrößert .....	11
<b>Abbildung 3-5:</b> Schematischer Ablauf der a) Oberflächenzerrüttung b) Tribochemischen Reaktion [21] .....	11
<b>Abbildung 3-6:</b> Schematische Darstellung der Werkstoffoberfläche nach Bearbeitung [24] .....	13
<b>Abbildung 3-7:</b> Ordnungssystem für Gestaltabweichungen nach DIN 4760 .....	14
<b>Abbildung 3-8:</b> Bestimmung des Mittenrauwertes $R_a$ [25] .....	15
<b>Abbildung 3-9:</b> Bestimmung der Rautiefe $R_z$ [25] .....	15
<b>Abbildung 3-10:</b> Unterschiedliche Zonen eines Polymerextruders [5] .....	16
<b>Abbildung 3-11:</b> Vakuumbereiche gemäß DIN 28400-1 und Gegenüberstellung der mittleren freien Weglänge $l$ eines Gasmoleküls in Luft ( $\theta=20^\circ\text{C}$ ) sowie Einordnung relevanter Druckbereiche der PVD- und PACVD-Beschichtungstechnologie [28] .....	19
<b>Abbildung 3-12:</b> Prinzip Bild des arc-PVD-Verfahrens [34] .....	21
<b>Abbildung 3-13:</b> Schematische Darstellung des (Magnetron) PVD-Sputterprozesses [32] .....	22
<b>Abbildung 3-14:</b> Die drei Arten der Keimwachstums von PVD-Beschichtungen [41] .....	25
<b>Abbildung 3-15:</b> Schichtzonenmodell nach Movchan und Demchishin (links) und Thornton (rechts) [44] .....	26
<b>Abbildung 3-16:</b> Skizze von möglichen Dropletpositionen .....	27
<b>Abbildung 3-17:</b> a) Strukturelle Bindungsartenübersicht b) Einordnung Keramiken nach Bindungsarten, [50] .....	28
<b>Abbildung 3-18:</b> Ausgewählte PVD-Schichtsysteme schematisch dargestellt (von links nach rechts) Monolayer; Multilayer; Gradierte Schicht; Nanolayer; Kombination verschiedener Layer [63] .....	31
<b>Abbildung 3-19:</b> a) Zweistoffsystem Cr-N [76] b) arc-PVD Verfahren Anteil der Kristallstruktur an der ausgebildeten Beschichtung in Abhängigkeit des Stickstoffdruckes [74] .....	33
<b>Abbildung 3-20:</b> REM Aufnahmen, Oberflächenstrukturerung durch Vickerseindruck, Beschichtung CrN mit a) DCMS bei hoher Biasspannung, (200) b) DCMS bei niedriger Biasspannung, (200)/(111) c) HPPMS bei hoher Biasspannung, (200) d) HPPMS bei niedriger Biasspannung, (111) [80] .....	34
<b>Abbildung 3-21:</b> REM Bild von Bruchkanten einer a) TiN PVD-Beschichtung b) TiAlN PVD Beschichtung [97] .....	36
<b>Abbildung 3-22:</b> Gradierte TiAlN Beschichtung mit betraglich steigender Biasspannung [102] .....	37
<b>Abbildung 4-1:</b> a) Eingebaute Probe in Resonanzfrequenzprüfmaschine b) Ansicht Prüfmaschine ....	38
<b>Abbildung 4-2:</b> a) Eingebaute Probe in Stift-Scheibe Prüfstand b) Ansicht Prüfstand Stift-Scheibe c) Probengeometrie .....	39
<b>Abbildung 4-3:</b> a) Stift-Rolle Prüfstandmodul b) Nitriertiefe 1.8550 Gegenkörper für Stift-Rolle Prüfung .....	40
<b>Abbildung 4-4:</b> Probengeometrie für Stift-Rolle Prüfstand .....	40
<b>Abbildung 4-5:</b> a) Keyence VK-X210 mit Stift-Rolle Probe b) Stift-Scheibe Probe .....	41
<b>Abbildung 4-6:</b> a) Profilmessung an drei Stellen b) Volumenmessung .....	42
<b>Abbildung 5-1:</b> Großaufnahme Gefügeausbildung 1.2379 Probe (Anlasstemperatur $520^\circ\text{C}$ ) mit Murakamikontrastierung .....	44

---

<b>Abbildung 5-2:</b> Murakamikontrastierungen 1.2379 a) b) Lösungsgeglühter Zustand c) d) 1070°C gehärtet, 400 °C angelassen e) f) 1070°C gehärtet, 520 °C angelassen .....	45
<b>Abbildung 5-3:</b> Anlassschaubild für den lederburitischen Kaltarbeitsstahl 1.2379 [116] .....	47
<b>Abbildung 5-4:</b> Durch Industrie beschichtete Probe a) CLSM Lichtbild b) CLSM Höhenprofil ermittelt mittels Laserabtastung .....	48
<b>Abbildung 5-5:</b> Rasterelektronenmikroskop Aufnahme der Oberfläche und EDX Analyse an ausgewählten Punkten (GPW) .....	48
<b>Abbildung 5-6:</b> REM Aufnahme der Chromnitridschichtung unterstützt durch FIB-Schneidetechnik (GPW) .....	49
<b>Abbildung 5-7:</b> REM Aufnahme der CrN/CrO Beschichtung unterstützt durch FIB-Schneidetechnik (GPW) b) Rasterelektronenmikroskop Aufnahme der Oberfläche (GPW) .....	50
<b>Abbildung 5-8:</b> REM Aufnahmen TiAlN unterstützt durch FIB Schneidetechnik (GPW) a) Droplet in Beschichtung b) Stängelwachstum.....	51
<b>Abbildung 5-9:</b> REM Aufnahmen der Oberfläche der TiAlN Beschichtung (GPW) .....	51
<b>Abbildung 6-1:</b> Oberflächenrauigkeit an ausgewählten Stellen von unbenutzter Industrieschnecke in $\mu\text{m}$ .....	52
<b>Abbildung 6-2:</b> CLSM Laserbilder a) Beschichtete Laborprobe mit 220er Rauigkeit b) Beschichtete Schneckenoberfläche .....	52
<b>Abbildung 6-3:</b> Rissfortschritt an einer beschichteten Probe unter zyklischer Biegebelastung a) Unbelastet b) nach 35.000 Schwingspielen c) Bruch nach 53.000 Schwingspielen .....	53
<b>Abbildung 6-4:</b> Ergebnisse der Biegeversuche inkl. Standardabweichung von unbeschichteten 1.2379 Proben in vergütetem Zustand.....	54
<b>Abbildung 6-5:</b> Makroaufnahme Bruchbild vergütete Anlasstemperatur 520°C Biegespannung 950 MPa .....	55
<b>Abbildung 6-6:</b> Einfluss der Sekundärhärtung auf die ertragbaren Schwingspielzahl des Werkstoffes 1.2379 .....	56
<b>Abbildung 6-7:</b> Vergleich Bruchbilder (Stadium II) des 1.2379 bei verschiedenen Anlasstemperaturen a) 400 °C Anlasstemperatur b) 520 °C Anlasstemperatur .....	57
<b>Abbildung 6-8:</b> Auswertung Biegespannungswöhlerlinie des Werkstoffes 1.2379 mit $R=0,1$ .....	58
<b>Abbildung 6-9:</b> Oberflächenrauigkeitsparameter $R_z$ (orthogonal) in Abhängigkeit ausgewählter Schleifmittel.....	59
<b>Abbildung 6-10:</b> Oberflächenrauigkeitsparameter $R_a$ (orthogonal) in Abhängigkeit ausgewählter Schleifmittel.....	60
<b>Abbildung 6-11:</b> Reibwertanalyse CrN bei unterschiedlich eingestellten Rauigkeiten .....	61
<b>Abbildung 6-12:</b> Verschleißspur CrN (orthogonal) gegen Hartmetallstift bei Substratvorbehandlung a) 220er b) 800er c) 2400er Körnung .....	62
<b>Abbildung 6-13:</b> Verschleißspur CrN (parallel) gegen Hartmetallstift bei Substratvorbehandlung a) 220er b) 800er c) 2400er Körnung .....	63
<b>Abbildung 6-14:</b> Verschleißvolumen CrN in $\mu\text{m}^3$ bei unterschiedlich eingestellten Rauigkeiten.....	64
<b>Abbildung 6-15:</b> Verschleißprofil CrN in $\mu\text{m}^2$ bei unterschiedlich eingestellten Rauigkeiten .....	65
<b>Abbildung 6-16:</b> Reibwertanalyse CrN/CrO bei unterschiedlich eingestellten Rauigkeiten.....	66
<b>Abbildung 6-17:</b> Verschleißspur CrN/CrO (orthogonal) gegen Hartmetallstift bei Substratvorbehandlung a) 220er b) 800er c) 2400er Körnung .....	67
<b>Abbildung 6-18:</b> Verschleißspur CrN/CrO (parallel) gegen Hartmetallstift bei Substratvorbehandlung a) 220er b) 800er c) 2400er Körnung .....	68
<b>Abbildung 6-19:</b> Verschleißvolumen CrN/CrO in $\mu\text{m}^3$ bei unterschiedlich eingestellten Rauigkeiten .....	69
<b>Abbildung 6-20:</b> Verschleißprofil CrN/CrO in $\mu\text{m}^2$ bei unterschiedlich eingestellten Rauigkeiten.....	70

---

---

<b>Abbildung 6-21:</b> Vergleich Verschleißtopographie Stift-Scheibe a) b) vergütete Proben c) d) mit lösungsgeglühter Probe nach 50 Meter Verschleißweg .....	72
<b>Abbildung 6-22:</b> a) Verschleißränder Stift-Scheibe nach 50m 1.2379 vergütet b) Verschleißränder Stift-Scheibe nach 50m 1.2379 lösungsgeglüht .....	73
<b>Abbildung 6-23:</b> Rem Aufnahmen a) vergütete Probe b) vergütete Probe c) lösungsgeglühte Probe d) lösungsgeglühte Probe nach 50m Verschleißweg Stift-Scheibe .....	73
<b>Abbildung 6-24:</b> CLSM-Laserbild nach 50m Verschleißweg Stift-Scheibe, orthogonale Belastungsvektor zu Oberflächenbearbeitungsvektor a) bei 400°C vergütete Probe b) bei 520°C vergütete Probe .....	74
<b>Abbildung 6-25:</b> CLSM-Laserbild nach 50m Verschleißweg Stift-Scheibe, orthogonale Belastungsvektor zu Oberflächenbearbeitungsvektor a) bei 400°C vergütete Probe b) bei 520°C vergütete Probe .....	75
<b>Abbildung 6-26:</b> Reibwert Chromnitrid/WC Stift (60mm/s, 50N) Stift-Scheibe Prüfung .....	76
<b>Abbildung 7-1:</b> Geschwindigkeitseinfluss auf Reibwert der Chromnitrid Beschichtung in Abhängigkeit des Verschleißweges .....	77
<b>Abbildung 7-2:</b> Verschleißspur Chromnitrid gegen Hartmetallstift, 50N Last, bei Umfangsgeschwindigkeitsvariierung a) 60 mm/s b) 40 mm/s c) 20 mm/s.....	78
<b>Abbildung 7-3:</b> Verschleißvolumen Chromnitrid in Abhängigkeit der Geschwindigkeit im Stift-Scheibe Test .....	79
<b>Abbildung 7-4:</b> Verschleißprofil Chromnitrid in Abhängigkeit der Geschwindigkeit im Stift-Scheibe Test .....	79
<b>Abbildung 7-5:</b> Geschwindigkeitseinfluss auf Reibwert der CrN/CrO Beschichtung in Abhängigkeit der Umfangsgeschwindigkeit .....	81
<b>Abbildung 7-6:</b> Verschleißspur CrN/CrO gegen Hartmetallstift, 50N Last, bei Umfangsgeschwindigkeitsvariierung a) 60 mm/s b) 40 mm/s c) 20 mm/s.....	82
<b>Abbildung 7-7:</b> Verschleißvolumen CrN/CrO in Abhängigkeit der Geschwindigkeit im Stift-Scheibe Test .....	83
<b>Abbildung 7-8:</b> Verschleißprofil CrN/CrO in Abhängigkeit der Geschwindigkeit im Stift-Scheibe Test .....	83
<b>Abbildung 7-9:</b> Geschwindigkeitseinfluss auf Reibwert der TiAlN Beschichtung in Abhängigkeit des Verschleißweges.....	85
<b>Abbildung 7-10:</b> Verschleißspur TiAlN gegen Hartmetallstift, 50N Last, bei Umfangsgeschwindigkeitsvariierung a) 60 mm/s b) 40 mm/s c) 20 mm/s.....	86
<b>Abbildung 7-11:</b> Verschleißvolumen TiAlN in Abhängigkeit der Geschwindigkeit im Stift-Scheibe Test .....	87
<b>Abbildung 7-12:</b> Verschleißprofil TiAlN in Abhängigkeit der Geschwindigkeit im Stift-Scheibe Test...	87
<b>Abbildung 7-13:</b> Reibungskoeffizient CrN in Abhängigkeit von dem Verschleißweg .....	88
<b>Abbildung 7-14:</b> Gravimetrischer Abtrag an Reibpartnern über Verschleißweg im Stift-Rolle Versuch der Beschichtung CrN .....	89
<b>Abbildung 7-15:</b> Volumetrischer Abtrag an Reibpartnern über Verschleißweg im Stift-Rolle Versuch der Beschichtung CrN .....	89
<b>Abbildung 7-16:</b> Oberfläche CrN im Stift-Rolle Versuch nach 100 Metern a) 0,5 m/s Reibgeschwindigkeit b) 1 m/s Reibgeschwindigkeit .....	90
<b>Abbildung 7-17:</b> Oberfläche CrN im Stift-Rolle Versuch nach 1000 Metern a) 0,5 m/s Reibgeschwindigkeit b) 1 m/s Reibgeschwindigkeit .....	90
<b>Abbildung 7-18:</b> 3D CLSM Aufnahme Oberfläche CrN im Stift-Rolle Versuch nach 1000 Metern 1 m/s Reibgeschwindigkeit.....	91
<b>Abbildung 7-19:</b> Gegenkörper Schliff 1.8550 gegen Chromnitrid bei a) 0,5 m/s Umfangsgeschwindigkeit und b) 1,0 m/s Umfangsgeschwindigkeit.....	91
<b>Abbildung 7-20:</b> Reibungskoeffizient TiAlN in Abhängigkeit von dem Verschleißweg.....	92

---

---

<b>Abbildung 7-21:</b> Gravimetrischer Abtrag an Reibpartnern über Verschleißweg im Stift-Rolle Versuch der Beschichtung TiAlN .....	93
<b>Abbildung 7-22:</b> Volumetrischer Abtrag an Reibpartnern über Verschleißweg im Stift-Rolle Versuch der Beschichtung TiAlN .....	93
<b>Abbildung 7-23:</b> Oberfläche TiAlN im Stift-Rolle Versuch nach 100 Metern a) 0,5 m/s Reibgeschwindigkeit b) 1 m/s Reibgeschwindigkeit .....	94
<b>Abbildung 7-24:</b> Oberfläche TiAlN im Stift-Rolle Versuch nach 1000 Metern a) 0,5 m/s Reibgeschwindigkeit b) 1 m/s Reibgeschwindigkeit .....	95
<b>Abbildung 7-25:</b> Gegenkörper Schliff 1.8550 gegen Titanaluminiumnitrid bei a) 0,5 m/s Umfangsgeschwindigkeit und b) 1,0 m/s Umfangsgeschwindigkeit.....	96
<b>Abbildung 8-1:</b> Schematische Darstellung der Bildungsphasen des autogenen Schmierfilms zwischen Stift und beschichteter Scheibe.....	98
<b>Abbildung 8-2:</b> Vergleich der verschiedenen Probengeometrien und deren Prüffläche .....	101
<b>Abbildung 10-1:</b> a) REM Aufnahme der Chromnitrid DCMS unterstützt durch FIB-Schneidetechnik (GPW) b) REM Aufnahme Oberfläche Chromnitridbeschichtung .....	105